

表 1 总棉酚标准工作曲线的吸光度值及相关分析

序号	0	1	2	3	4	5	6	7
液体分样	0	20	40	60				
含纯棉酚(μg)		10	30	50	70			
吸光度(A)	0.000	0.052	0.105	0.157				
		0.021	0.076	0.130	0.182			
<i>r</i>	0.9996							
<i>P</i>	<0.0005							

表 2 回收率的测定(低含量) μg

序号	1	2	3	4	样
相当于液体分样中	10	20	30	40	0
纯棉酚加入量					
测定总棉酚	10.61	21.20	29.54	39.39	2.73
测定总棉酚(样) ⁽¹⁾	7.88	18.47	26.81	36.66	
回收率%	78.80	92.35	89.36	91.65	
平均回收率%	88.04				

注 (1):样表示样品中棉酚含量

表 3 回收率的测定(高含量) μg

序号	1	2	3	样
相当液体分样中	10	20	40	0
纯棉酚加入量				
测定总棉酚含量	44.87	54.34	73.30	34.85
测定总棉酚(样) ⁽¹⁾	10.02	19.49	38.45	
回收率%	100.20	97.45	96.13	
平均回收率%	97.92			

注 (1):样表示样品中棉酚含量

表 4 精密度测定结果 %

	棉酚含量				平均值	标准差	变异系数
	1	2	3	4			
有腺体	0.960	0.871	0.9166	0.0444	4.85		
棉籽粉	0.918	—					
棉籽非储	0.0189	0.0174	0.0183	0.000716	3.9		
存蛋白粉	0.0189	0.0182					

5 结论

用 3-氨基-1-丙醇为混合试剂测定棉酚的方法具有简单易行,不需要特殊仪器,线性关系好,回收率较高,精密度较高,重现性好等优点,故认为本法可以推广使用,并可对我国制定总棉酚的测定标准方法提供参考。

6 参考文献

- 1 Walter. A, Pons, J. R. J. AOAC, 1977, 60(2):252
- 2 E. W. Lusas, et al. J. AOCS, 1987, 64(6):839
- 3 Walter A, et al. 3-Amino-Propanol as aComplexing agent in the intermonitor of totalgossypol. The American on Chemist society. 1985; 2(35):261~265
- 4 中华人民共和国卫生部食品卫生监督检验所编. 食品卫生检验方法(理化部分)注解. 1987;11.2
- 5 山东聊城师范学院化学系. 棉酚蛋白质棉酚的测定方法. 中国酿造. 1982;1(2):9

饮用天然矿泉水氟离子、氯离子、硝酸根、硫酸根离子的快速测定

栗文元 谷日旭 山西省卫生防疫站 (030012)

饮用天然矿泉水中 F⁻、Cl⁻、NO³⁻、SO⁴⁻离子含量的测定,目前主要

是电极法、滴定法及比色法。^[1]这3种方法分析速度慢,影响准确测定因素多,

并且不能实现同时检测快速测定。虽近年来已有不少采用离子色谱法测定水中阴离子的报导,^[2,3]但多采用双柱离子色谱技术,而使用单柱离子色谱分析法的报导不多。笔者使用低电导淋洗液,shim-pack IC-AI 色谱柱,对饮用天然矿泉水中 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 测定方法进行了试验研究。结果表明,本法试样处理简单、色谱柱无需再生,分析速度快,线性范围宽,重复性及准确度均较理想。4种阴离子的最小检出浓度分别为, F^- :0.113mg/L; Cl^- :0.264mg/L; NO_3^- :1.134mg/L; SO_4^{2-} :1.048 mg/L,本法完全可以满足日常分析的要求。

1 材料与方 法

1.1 试剂 淋洗液 称取分析纯邻苯二甲酸 4.15g 和优级纯三羟甲基氨基甲烷〔Tris (hydroxymethyl) amino-methane〕2.91g 于 1000mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度。此液为 25mmol/L 邻苯二甲酸和 24mmol/L Tris 混合液。该液 0.22 μ m 微孔滤膜过滤,滤液保存于塑料瓶中,用前 10 倍稀释,经脱气处理后,作为淋洗液。

称取 NaF(优级纯,经 105~110℃烘干)0.2210g 于水中溶解,转入 1000mL 容量瓶并加水至刻度,此液 1.00mL = 0.1mg F^- 。

称取 NaCl(基准试剂,经 500~600℃烘烤)0.8243g,用水溶解并转移定容于 1000mL 容量瓶中,此液 1.00mL = 0.50mg Cl^- 。

称取 KNO_3 (优级纯,经 105~110℃烘干)1.6306g,用水溶解后定容于 1000mL

容量瓶中,此液 1.00mL = 1.00mg NO_3^- 。

称取 $K_2 \text{] } SO_4 \text{]}$ (优级纯,经 105~110℃烘干)1.8141g,用水溶解后定容于 1000mL 容量瓶中,此液 1.00mL = 1.00mg SO_4^{2-} 。

使用时,将上述标准溶液用水稀释成所需的浓度。

1.2 仪器

HICK6A 离子色谱仪,CDDk6A 电导检测器,LPk6A 输液泵,CTOk6AS 柱炉,SILk6B 自动进样器,CkR6A 色谱数据处理机均为日本岛津公司生产。

实验用水均为重蒸水。

1.3 离子色谱仪工作条件

色谱柱 shim-pack ICkGAI0, ICkAI 淋洗液 2.5mmol/L 邻苯二甲酸和 2.

4mmol/L Trisk 混合液

流量 1.5mL/min

进样 40 μ L

检测器 GAIN:1 μ s/cm;温度:38℃

柱炉温度 35℃

1.4 标准曲线

本法采用外标法定量,标准系列为混合标准,其浓度分别为, F^- :2,4,6,8,10 μ g/mL; Cl^- :10,20,30,40,60 μ g/mL; NO_3^- :10,30,50,70,110 μ g/mL; SO_4^{2-} :30,60,90,120,240 μ g/mL。标准系列用淋洗液稀释。

1.5 样品测定

瓶装矿泉水经摇均后取一定量经 0.22 μ m 滤膜过滤,直接或经适当稀释后上机测定。结果用峰面积或峰高记录。样品中各阴离子的含量,由标准曲线上求得。

2 结果与讨论

表 1 4 种阴离子的分析

元素	回归方程	相关系数	回收率 %	C. V % (n=10)
F ⁻	y=2837x ⁻ 631	0.9973	94.8~112	4.24
Cl ⁻	y=2302x ⁻ 217	0.9999	96.9~103	1.14
NO ₃ ⁻	y=1162x ⁻ 136	0.9999	95.2~104	1.23
SO ₄ ²⁻	y=1564x+231	0.9999	96.2~102	2.34

表 2 合成水样分析结果 μg/mL

项目	推荐值	测定值	不确定度
F ⁻	1.20	1.12	7
Cl ⁻	150.00	154.00	3
NO ₃ ⁻	22.14	22.68	3
SO ₄ ²⁻	189.80	192.30	2

4 种阴离子的色谱分离情况如图 1 所示。

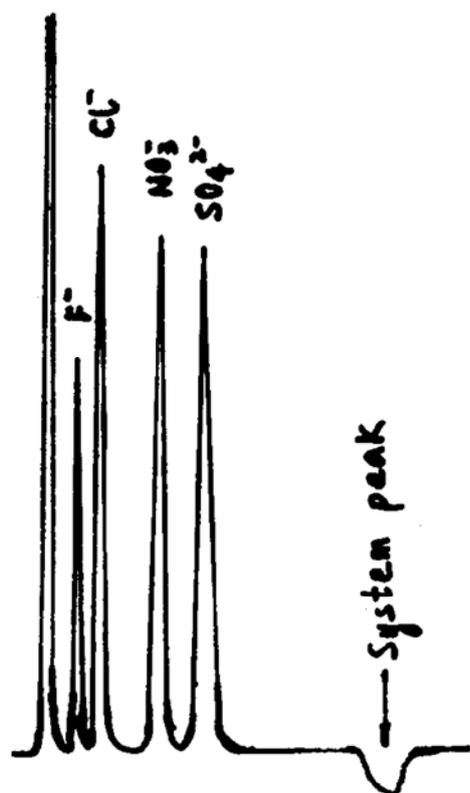


图 1 4 种阴离子的分离色谱图

F- Rt: 1.66min

Cl- Rt: 2.35min

NO₃⁻ Rt: 4.08min

SO₄²⁻ Rt: 5.35min

system peak Rt: 12min

2.1 4 种阴离子的分析

在本方法测定条件下,4 种阴离子的分析性能概况见表 1。表中样品加标回收率分别为低中高(混合标准系列第 1 管、第 3 管、第 5 管浓度)3 个浓度点的范围值,精度为多次重复测定的相对标准偏差。4 种阴离子的标准合成水样(中国预防医学科学院环境卫生监测所提供)分析结果与推荐结果列于表 2。从表中可以看出,除 F⁻ 有一定差异外,Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 的结果均较理想。

2.2 淋洗液的选择

shim-pack IC-AI 色谱柱内填料为含四元胺官能团的阴离子交换树脂,^[4]它对阴离子有较好的分离性能,因该系统不加抑制柱,所以使用低电导的有机酸盐作淋洗液。常用的试剂有苯甲酸盐、邻苯二甲酸盐等。前者为一元有机酸,对一价阴离子洗脱力较强,二价阴离子则较弱;后者为二元酸,洗脱力虽强,但系统峰(system peak)在 20 多分钟才出现,分析周期太长。^[5]本法选用的邻苯二甲酸与 Tris-混合淋洗液(pH=4),则兼顾一价和二价阴离子性能,具有分离效果好,基线噪声小,峰形对称,分析速度快等优点。

3 参考文献

- 1 国家标准局. 饮用天然矿泉水检验方法. GB 8538.1 ~8538.63k87,1987k12k29

(下接第 20 页)