

2.5 方法线性范围、检出限、最低检出浓度及试样含量 方法的线性范围为 0~ 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 回归方程为 $y = 772x + 1338$, 相关系数 $r = 0.9991$; 方法检出限为 2.5 ng; 当试样取样量为 2.0 g 时, 方法最低检出浓度为 0.25 mg/kg。用上述方法对采集于北京丰台、宣武、海淀食物中毒现场的试样及对照试样进行了测定, 盐酸特仑克罗含量范围为 0~ 0.8 mg/kg。

表 3 方法的精密度实验结果

试样名称	测定结果 mg/kg	测定次数 n	平均值 mg/kg	相对标准差 %
猪肝 ⁽¹⁾	1.30~ 1.75	7	1.45	17.1
猪肝 ⁽²⁾	1.29~ 1.69	8	1.43	15.2

注: (1) 试样来自北京市宣武区, (2) 试样来自北京市海淀区。

表 4 方法的准确度实验

试样本底 $\mu\text{g}/\text{mL}$	加标量 $\mu\text{g}/\text{mL}$	测定次数 n	回收率 %	平均回收率 %	相对标准差 %
0	5.0	10	90.8~ 100.2	94.5	3.7
0	10.0	12	73.5~ 101.2	82.7	11.8

3 小结 本文描述了高效液相色谱法测定猪肝中盐酸特仑克罗的方法。本方法简单、快速, 适用于食物中毒试样—猪肝中盐酸特仑克罗的测定。

中图分类号: O657.7⁺ 2; R15 文献标识码: B 文章编号: 1004—8456(2000) 02—0022—03

山梨酸钾中氯化物含量测定方法的改进

石舜华

(锡山市卫生防疫站, 江苏 无锡 214011)

山梨酸钾是一种常用的食品添加剂, 氯化物含量是一项重要指标。在山梨酸钾国家标准 GB 13736—92 中规定氯化物测定方法为目视比色法, 但在实际操作中, 当试样中氯化物含量与标准相接近时, 往往很难判定结果是大于还是小于标准。另外, 当试样中氯化物含量超过标准时, 不能得出确切的数据, 这不符合计量认证的要求。为此, 作者探讨用校正曲线法, 通过测定试样和标准液的吸光度来求得试样中氯化物含量的准确数值, 获得满意的效果, 现将结果报告如下。

1 材料与方

1.1 仪器及试剂 721 型分光光度计, 其余仪器及试剂同国标法。

1.2 操作步骤

1.2.1 试样处理同国标法。

1.2.2 校正曲线绘制 于 7 支 50 mL 具塞比色管中分别加入 0、0.1、0.3、0.5、0.7、0.9、1.0 mL 盐酸(0.01 mol/L) 标准溶液, 然后分别加入 6 mL(1+ 10) 硝酸溶液, 稀释到 50 mL, 摇匀, 再分别加入 0.1 mol/L 硝酸银溶液 1 mL, 摇匀。室温放置 30 min 后于 420 nm 波长, 用 1 cm 比色皿, 蒸馏水调零, 测定吸光度, 绘制校正曲线。

1.2.3 试样测定 试样处理后稀释至 50 mL, 以下同校正曲线操作, 测定吸光度后, 查校正曲线。

1.3 氯化物(以氯离子计) 含量计算公式
$$X = \frac{0.01 \times V \times 36.5}{1 \times 10} \times 100\%$$

V: 试样中氯化物相当于 0.01 mol/L 盐酸标准的毫升数。

2 结果与讨论

2.1 波长选择 氯化物与硝酸银产生的氯化银悬浊液没有确定的吸收峰, 波长越短, 吸光度越大, 但考虑到试样中氯化物含量的范围以及由于吸光度过高, 试样需要进行稀释等麻烦, 经试验, 笔者认为采用 420 nm 波长较为理想。

2.2 校正曲线 试验表明, 氯化物含量在 0 至 0.01 mol/50 mL(相当于 HCl 标准 0~ 1.0 mL) 范围内符合比尔定律, 相关系数 $r = 0.9994$, 回归方程 $y = -0.004 + 0.137x$

2.3 放置时间 国标法中规定加入 AgNO_3 5 min 后进行比浊, 但经试验, 5 min 后吸光度尚未达到最大值, 25 min 后才达到最高峰, 1 h 后, 由于光的作用, 颜色逐渐变黑, 因此本文选择在反应 30~ 45 min 内进行比色, 并须避免阳光直射。

2.4 精密度试验 取 4 种不同试样, 分别连续测定 5 次, 结果见表 1。

表 1 精密度试验结果								
试样		测定值 %				$\bar{x}$	s	RSD
1	0.015	0.013	0.015	0.014	0.016	0.015	1.22×10^{-3}	8.16
2	0.0085	0.0079	0.0081	0.0084	0.008	0.0082	2.60×10^{-4}	3.17
3	0.012	0.010	0.012	0.012	0.013	0.012	1.12×10^{-3}	9.30
4	0.023	0.026	0.024	0.024	0.025	0.024	1.22×10^{-3}	5.10

表 2 加标回收试验 %			
本底量	加标量	测得量	回收率
0.0082	0.0073	0.0152	95.89
0.0082	0.0146	0.0233	103.42
0.015	0.0073	0.0225	102.74
0.015	0.0146	0.0298	101.37

2.5 回收率试验 取两份不同试样, 分别加入 0.2 mL 及 0.4 mL 盐酸标准(折算成氯化物含量分别为 0.0073% 及 0.0146%) 进行回收试验, 结果见表 2。

3 小结 本文报道了用分光光度计测定山梨酸钾中氯化物含量的方法, 与原方法相比, 不仅大大提高了结果的准确性, 而且操作方法简便

易行, 可应用到实际工作中去。

中图分类号: O611.63; R155.5 文献标识码: B 文章编号: 1004—8456(2000)02—0024—02

卫生部司(局)文件 卫法监食发[1999]第13号

关于卫生许可证发放中有关问题的批复

陕西省卫生厅:

陕卫防函字第3号文收悉。根据《保健食品管理办法》第十四条的规定, 生产企业应向所在地的省级卫生行政部门提出申请。据此, 对该企业发证的权属及对该企业生产的日常性卫生监督、监测工作应由北京市卫生行政部门负责。

此复

卫生部卫生法制与监督司
一九九九年二月四日