

食品中铅、铜的系统测定方法的探讨(摘要)

宁夏回族自治区卫生防疫站

纳新力 陈解华 代海香

样品经消化后,加入对铅测定的一组分析试剂,并加入对铜的掩蔽剂,在 PH8.5—9.0 时,铅离子与双硫脲生成溶于三氯甲烷的红色络合物,与标准系列比色定量。萃取后的水液加入对铜离子的解蔽剂及一组对铜测定的分析试剂,在 PH8.5 时,铜离子生成溶于四氯化碳的黄色络合物与标准系列比色定量。

实验方法试剂:参照中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法理化部分》GB5009.12—85(P42),GB9009.13—85(P46)。

操作方法:参照 GB5009.12—85,GC5009.13—85,分别做出铜,铅标准曲线。配制铅铜离子混合标准溶液,按下法做出新法的铅、铜的标准对照曲线。

于测定液,试剂空白,铅标准液,铜标准液,铅铜混合标准液(含量均与各标准量一致),各加入 2.0ml200g/L 柠檬酸铵溶液,1.0ml200g/L 盐酸羟铵溶液及 2 滴酚红指示剂,用 1:1 氨水调至红色,再各加 2.0ml100g/L 氰化钾溶液,振摇,混匀,各加入 5.0ml 双硫脲使用液,剧烈振摇 1min,静止分层后,三氯甲烷层经脱脂棉滤入 1cm 比色杯中,以零管调零点,于波长 510nm 处测定吸光度。以铅标准系列及光密度值做标准曲线,比较定量。并相应做出铅铜混合标准液中铅的标准对照曲线。此时,铅测定完毕。在各萃取后的水层中,各加入 5.0ml 柠檬酸铵,一乙二胺四乙酸二钠溶液,1.0ml 分析纯甲醛,剧烈振摇 2min,各加 1.0g/L 二乙氨基

二硫代甲酸钠 2ml,10ml 四氯化碳,剧烈振摇 2min,静止分层,四氯化碳层经脱脂棉滤入 2cm 比色杯中以零管调节零点,于波长 440nm 处测定吸光度绘制铜标准曲线及铅铜混合标准对照液中铜曲线。样品铜与标准系列比较定量。此为铜测定。

讨论:双硫脲法测定铅时必加氰化钾以掩蔽铜离子,萃取测定铅后,加入解蔽剂甲醛使四氰合铜络离子释放出水合铜离子,经实验证实:1. 本法中铅测定加入的 100g/L 氰化钾溶液能完全屏蔽铜离子即生成水溶性,不被双硫脲络合的四氰合铜络离子。2. 加入解蔽剂甲醛能完全作用释放铜离子,并对甲醛加入量的实验证明,溶液中加入 1.0ml 甲醛解蔽效果最佳。3. 按上述方法测定所制的铅铜混合标准液中的铅、铜标准对照曲线与单独所得铅、铜标准曲线完全重合。4. 该法铜的回收率为 98—102%。5. 对部分食品分别以该法和标准法测定结果均一致:如食品中铜测定。

样 品	标准法(PPM)	新法结果(PPM)
1号奶粉	0.99	0.98
2号奶粉	1.75	1.76
3号奶粉	1.37	1.37
4号茶	1.0	0.99
5号汽水	1.62	1.62
6号果糖	0.5	0.52
7号果糖	0.63	0.63

实验表明,系统测定食品中共存元素铅铜方法可靠,省力,省时,省物,简便可行,能达到分析要求。