

食品中 SO₂ 的三乙醇胺- 副品红分光光度测定法研究

张 社 杨惠琴 庄慎谦 李绍良

(中华人民共和国进口食品卫生监督检验中心, 上海 200335)

食品生产中常加入亚硫酸盐, 因其具有还原性, 可阻断微生物的正常生理氧化作用, 并可抑制水果中氧化酶的活力, 防止氧化酶对营养成分的破坏和颜色的改变, 故用来漂白、脱色、抗氧化和防腐。

亚硫酸盐毒性较小, 但人体摄入过多则对胃肠、肝脏有损害, 使红血球血红蛋白减少。为此国标中对食品中亚硫酸盐含量(以 SO₂ 计)有明确规定。

SO₂ 的测定法主要有副玫瑰苯胺法^[1]和碘量法。^[2]前者为国标所采用, 但其中吸收液四氯汞钠对人体有害; 碘量法灵敏度较低, 且其中蒸馏过程费时并可导致 SO₂ 损失。近年有报道以三乙醇胺(TEA)替代四氯汞钠作吸收液测定大气中 SO₂。^[3]本文将该法用于食品中 SO₂ 测定, 并与国标法和碘量法所得结果进行了比较。

1 材料和方法

1.1 仪器 PU-8745UV/VIS 紫外分光光度计, Philips 公司产品。250Q 超声波清洗器。

1.2 试剂 0.6% 三乙醇胺(TEA)水溶液, 0.02% 副品红溶液, 以 4 mol/L 磷酸稀释之。0.2% 氨基磺酸铵水溶液。0.6% 甲醛水溶液。SO₂ 标准液: 称取无水 Na₂SO₃ 0.1 g 以 TEA 稀释至 200 mL, 按国标中碘量法标定, 最后以 TEA 逐级稀释至 2.50 μg/mL 的工作液。17.15 μg/mL SO₂ 标样, 上海市环境监测中心提供。

1.3 操作方法

1.3.1 校正曲线制作 吸取 SO₂ 工作液加入 10 mL 比色管中, 以 TEA 定容至 5.0 mL, 加氨基磺酸铵 0.5 mL, 摇匀; 加副品红溶液 1.5 mL, 摇匀; 加甲醛溶液 0.5 mL, 摇匀。同法作空白, 在 576 nm 处, 用 1 cm 比色皿测吸光度, 按浓度—吸光度作校正曲线。

1.3.2 试样操作 称取砂糖、淀粉 1.000 g 溶于 10 mL TEA 中, 过滤后取 1 mL 于 10 mL 比色管中, 以下步骤同 1.3.1。吸取酒液 50 mL 加盐酸 5 mL, 经超声震荡 5 min 后吸取 0.1 mL 于 10 mL 比色管中, 以下步骤同 1.3.1, 此即试样空白。另取该酒 0.1 mL 于 10 mL 比色管中, 同 1.3.1, 测其 A。扣除空白即为酒中 SO₂ 实际所生产的吸光度。

2 结果与讨论

2.1 操作条件选择与校正曲线

TEA 用量 SO₂ 与 TEA 能生成稳定的阴离子复合物而被吸收在溶液中。但 TEA 浓度过高会使溶液中气泡增多而致吸光度产生误差; 浓度过低则无法完全吸收 SO₂。本文选用 0.6% TEA, 并根据酒、砂糖和淀粉中 SO₂ 含量, 取 2~5 mL。

显色剂用量 0.02% 副品红 1 mL 可使 2 μg SO₂ 吸光度达最大值。因显色剂与体系的最大吸收波长相近, 故选 1.5 mL 而不致空白值过高。

甲醛用量 吸收在 TEA 溶液中的 SO₂ 须先酸化释放出方能与副品红反应, 再加入甲醛液, 此时体系颜色逐步加深。本法中 0.6% 甲醛 0.3 mL 可使 2 μg SO₂ 的吸光度达最大值, 故选 0.5 mL。

氨基磺酸铵用量 加入氨基磺酸铵可消除氮氧化合物的干扰。本法按试样的具体情况并参照国标, 选用加入 0.2% 氨基磺酸铵 0.5 mL。

酸度 加入磷酸可使 SO₂ 从 TEA 中释放出, 但酸量过大则吸光度降低, 导致灵敏度偏低。本法中 4 mol/L 磷酸量在 0.5~2.0 mL 时灵敏度基本不变, 故选 1.5 mL。

显色时间 室温下体系的吸光度在 10 min 左右达最大值, 并在 60 min 内基本不变, 此后逐渐下降, 90 min 后吸光度下降约 10%, 故要求测定在 60 min 内完成。

		表 1 准确度试验						μg		
	原含量	加入量			测定值			回收率 %		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3
葡萄酒	10.4	2.50	5.00	12.50	12.88	15.43	23.90	99.2	100.6	108.0
砂糖	2.78	2.50	5.00	12.50	5.24	7.73	15.38	98.4	99.0	100.8
淀粉	0.97	2.50	5.00	12.50	3.60	6.53	14.72	105.2	111.2	110.0

表 2 方法对比试验				μg/mL	SO ₂ 校正曲线	分别配制浓度为 0.00, 2.50, 12.50, 25.00 μg/mL
试 样	国标法	碘量法	本法		的SO ₂ 标准溶液,按1.3.1操作,重复6次。结果表明,在0~25.0 μg/mL范围内符合比尔定律,相关系数0.9983~0.9998,变异系数3.76%~7.43%。	
考核样	17.18	16.44	17.30		按0.01吸光度值所对应的SO ₂ 量为检出限,最低检出限0.10μg。	
葡萄酒1	11.40	9.86	11.20		准确度试验 本法中选取酒、砂糖、淀粉试样,按1.3.1操作,并加入低、中、高三种浓度的SO ₂ 标准液进行加标回收率试验。结果见表1。	
葡萄酒2	13.00	11.64	12.80		因酒中有杂质干扰,故实际操作中取酒样两份,一份按1.3.1操作,另一份加入盐酸并进行超声振荡以释放出SO ₂ 再比色测定,由两吸光度之差可得酒中SO ₂ 含量。由回收率98.4%~111.2%可见方法较为可靠。	
砂糖1	1.21	0.77	1.30			
砂糖2	1.38	0.81	1.37			
淀粉1	0.87	0.79	0.84			
淀粉2	0.66	0.65	0.72			

方法比较 对标样和实际试样按国标法、碘量法和本法进行对比试验,结果见表2。

试验表明,本法的测定结果与国标法结果相近,而碘量法结果偏低,可能是在试样前处理蒸馏过程中SO₂有逸出及不完全所造成。

参考文献:

- [1] GB 5009.34—85. 食品中亚硫酸盐的测定方法[S]
- [2] GB 5009—1996. 食品卫生检验方法(理化部分)[S]
- [3] 刘汉初,等. 三乙醇胺吸收对品红光度法测定大气中二氧化硫(理化检验—化学分册)[M], 1993, 29(1): 33~34
- 中图分类号: R15, O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1004—8456(2000)04—0016—02

环磷酰胺诱发小鼠骨髓嗜多染红细胞微核方法的探讨

沈其萍 杨 萍 秦光和 唐庆国 何丽芳
(云南省卫生防疫站, 云南 昆明 650022)

由于各种化学物质在生物体内的代谢规律及引起染色体损伤机制不同, 给药途径及时间反应规律也有差异。为选择最佳作用时间, 本文采用环磷酰胺(cp) 40 mg/kg BW, 不同时间所诱发的小鼠骨髓嗜多染红细胞微核细胞数进行实验比较, 获得良好的结果, 显示经腹腔一次染毒, 30 h 制片, 微核细胞率为 30.3 %。

1 材料与方法

- 1.1 材料 昆明种小白鼠, 由中国科学院昆明动物研究所提供。(动物证号: 滇实动物证第 9712 号)
- 1.2 试剂 环磷酰胺(三健牌, 上海华联制药有限公司, 971008), 给予剂量 40 mg/kg BW。小牛血清由昆明医学院营养与食品研究所提供。吉姆萨染液, 1:6 Giemsa 磷酸缓冲液(pH 7.2)。