

经验交流

氢化物—气相色谱法测定食品添加剂磷酸中的总砷

丁天惠 吴志勇 董志民* 李正平* 魏建波*

(河北大学化学系, 保定)

最常用的测方法是分光光度法和原子吸收法。分光光度法对砷的检出限只达 $0.5 \mu\text{g}$ (1); 砷是普通空气—乙炔焰原子吸收法难以测定的元素之一, 只能用火焰法检测(2), 且存在着较复杂的干扰(3)。

本文应用氢化物—气相色谱法测定了食品添加剂磷酸中的总砷。在测定中, 以硼氢化钾为还原剂, 在 pH 为 0—1 的条件下, 使砷还原为砷化氢, 用液氮冷阱捕集, GDX—104 色谱柱分离, 火焰光度检测器检测。本法对砷的检出限为 $5.7 \times 10^{-5} \text{g}$ 。

实验部分

(一) 装置 详见参考文献(4)。

(二) 试剂

盐酸: 用等温扩散法提纯, 二次离子交换水吸收, 浓度约为 10mol/L 。

硼氢化钾溶液: 由分析纯硼氢化钾加去离子水配制而成, 浓度为 1%。

As(III) 标准溶液: 取 $0.6625 \text{g As}_2\text{O}_3$ 溶于 $50 \text{ml } 1000 \text{mol/m}^3$ 的 NaOH 溶液中, 用 2000mol/m^3 HCl 溶液中和至微酸性, 定容 500ml , 浓度为 1mg As(III)/ml 。

As(V) 标准溶液: 取 1mg As(III)/ml 的标准溶液 10ml , 加入 5ml 浓硝酸和 $1 \text{ml } 6000 \text{mol/m}^3$ 盐酸, 在水浴上蒸发至干, 用水溶解, 定容为 100ml , 浓度为 0.1mg As(V)/ml 。

Clark—Lubs 缓冲液: 配成 200mol/m^3 的氯化钾溶液, 邻苯二甲酸氢钾溶液、磷酸二氢钾溶液、盐酸及氢氧化钠溶液, 按不同比例配成各种 pH 值的缓冲液。

(三) 操作方法

As(III) 的测定: 将六通阀旋至取样位置后(参见文献(4)图 2), 向反应器中加入 3ml 样品。用 N_2 气吹扫反应及捕集系统约 2 分钟, 液氮冷阱冷却捕集柱。在反应器盖上要安装两支注射器, 一

支吸入一定量的 Clark—Lubs 缓冲液; 另一支吸入 2ml KBH_4 溶液。在通 N_2 的条件下, 将缓冲液和 KBH_4 溶液同时慢速注入反应器。反应必须在 pH 6 的条件下进行, 反应时间约 7 分钟。将六通阀旋至进样位置, 用热水杯加热捕集柱, 氢化物进入色谱系统。

As(V) 的测定: 一支注射器吸入 1ml 盐酸, 另一支注射器吸入 2ml KBH_4 溶液, 还原反应须在强酸性条件下进行, 反应时间约 3 分钟, 其余均按 As(III) 的测定步骤操作。

色谱条件: 同参考文献(4), 定量方法采用外标法。

结果与讨论

(一) pH 值对 As(III), As(V) 生成砷化氢的影响: 取 pH 为 0~9 的 Clark—Lubs 缓冲液, 分别配制成 As(III), As(V) 的 $2 \times 10^{-5} \text{g/ml}$ 的溶液, 按操作方法测定 As(III), As(V), 考察 pH 值对 As(III), As(V) 回收率的影响, 结果示于图 1。在 pH 0~6 的范围内, As(III) 能定量回收; 在 pH 0~3 的范围内, As(V) 可定量回收, 当 pH 在 5 以上时已完全不能回收。由以上结果可知, 在 pH 0~3 的范围内, 可实现总砷的测定。

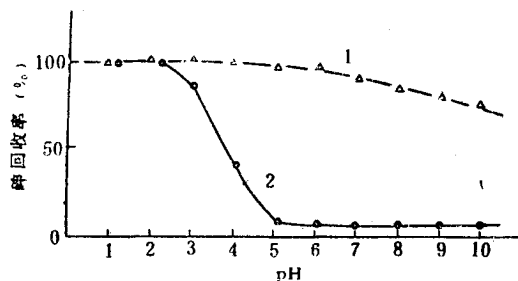


图 1 pH 对生成砷化氢的影响
1. As(III) 2. As(V)

(二) 食品添加剂磷酸中总砷的测定: 取10ml食品添加剂磷酸, 用水稀释为100ml。取3ml稀释液加入到反应器中, 按测定 As(V) 的操作方法操作。五次测定结果列于表 1, 变异系数为7.3%, 回收率实验结果列于表 2, 平均回收率 103.4%, 实测谱图见图 2。

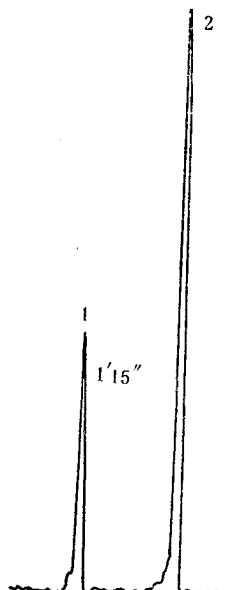


图 2 As的氢化物色谱图

- 1. As的氢化物
- 2. Sn的氢化物

参考文献

- (1) 辻治雄, 西村公男, 分析化学(日), (1), 43(1984).
- (2) 柳胜美, 分析化学(日) 29, 194 (1980).
- (3) 姚建明、吴廷照, 分析通讯, 2.1 (1982).
- (4) 丁天惠等, 色谱, 3, 252(1985).

(收稿日期: 1986年4月2日)

Determination of Total Arsenic in Food Additive Phosphoric Acid by Hydride Generation Gas Chromatography Ding Tianhui, Wu Zhiyong, Dong Zhimin, Li Zhengping and Wei Jianbo, Chem. Dept.,

表 1 食品添加剂磷酸的分析结果

序号	As 含量 ($\times 10^{-8}$ g/ml)	平均As含量 ($\times 10^{-8}$ g/ml)	标准偏差 ($\times 10^{-8}$ g/ml)	变异系数 (%)
1	8.53			
2	8.31			
3	8.00	7.90	± 0.53	7.3
4	7.59			
5	7.08			

表 2 回收率的测定

序号	加入 As 量 ($\times 10^{-8}$ g/ml)	测得 As 量 ($\times 10^{-8}$ g/ml)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	1.20	1.49	124.1	
2	1.20	1.21	100.8	
3	1.20	1.21	100.8	103.4
4	1.20	1.21	100.8	
5	1.20	1.07	89.2	

Hebei Univ., Baoding

This paper describes the determination of total arsenic in food additive phosphoric acid by GC. When pH of the sample solution is adjusted to 0-1 with hydrochloric acid, arsine is produced from total arsenic with KBH_4 . A hydride generation device was coupled to a gas chromatograph with flame photometric detector via a liquid nitrogen trap. Hydrides were separated by GDX-104 column. The minimum detectability for As is 5.7×10^{-10} g.

用反相高效液相色谱测定甲氧苄胺嘧啶血药浓度

李天荣 李连朝 杨德祥 扈文杰 刘清玉 李富娥

(西北农业大学中心实验室, 陕西杨陵)

(西北农业大学兽医系, 陕西杨陵)

甲氧苄胺嘧啶(TMP)为抗菌增效剂, 广泛用于临床。其血药浓度的测定方法, 国外虽有报道, 但国内罕见。为了给TMP的药代动力学研究提供快速、灵敏的测定方法, 我们用反相高效液相色谱法测定了奶山羊血清中TMP浓度。

实验部分

(一) 仪器和试剂 液相色谱仪为 Waters 公司产品, 包括510型泵(两台)、U6K型进

样器、481型紫外检测器、Z型径向加压系统、Microbondapak C_{18} 柱、不锈钢预柱、730型数据处理机和680型梯度控制仪。

试剂: 磷酸二氢钾、磷酸氢二钠, 高氯酸均为分析纯; 甲醇为色谱纯; 标样为广东制药厂生产, 超纯水用milli-Q超纯水装置制备。

(二) 测定方法: 吸取0.5-1.0ml血清, 加1.5-2.0ml超纯水(或标样), 摇匀。加0.5mol/L高氯酸2.5ml, 振荡15分钟后, 在5℃ 18500g下离