

食盐中钡的检测方法研究

葛荣正

摘要:目的 探讨食盐中钡的定量检测方法。方法 利用钡离子与硫酸根生成硫酸钡 浑浊 其浑浊度和食盐中钡离子含量呈正比关系。根据标准曲线或回归方程可得到食盐中的钡含量。结果 该方法的线性回归方程 $y=0.001\ 382x+0.000\ 5$ 相关系数 $r=0.999\ 0$ 回收率为95.00 %~101.60 % 批内变异系数3.45 %。结论 利用钡离子与硫酸根生成硫酸钡 浑浊 利用比浊作定量测定 方法简便、快速、灵敏可靠 适用于基层疾控机构食盐中钡含量的定量检测。

关键词:食盐 钡 检测方法 比浊 定量测定

中图分类号:O657.32 文献标识码:B 文章编号:1006-8414(2012)02-0101-01

食盐卫生标准GB2721-1996中规定了食盐中钡的限量标准,钡(以Ba计) $\leq 15\text{ mg/kg}$ 为合格,而在食盐卫生标准的分析方法GB/T5009.42-2003中,钡的检测方法采用比浊限量测定,结论为试样管不得比标准管浑浊,即 $\leq 20\text{ mg/kg}$ 的钡。如果钡的检测报告为 $\leq 20\text{ mg/kg}$,是否能说明符合食盐卫生标准的规定,显然是不行的。因此探讨一种常规、简易的定量测定钡的检测方法很有必要。本文利用钡离子与硫酸根生成硫酸钡 浑浊,其浑浊度和食盐中钡离子含量呈正比关系,根据标准曲线或回归方程可得到食盐中的钡含量。经重现性和准确度实验,符合微量分析的要求。

1 材料与方

1.1 仪器和试剂 主要仪器 721分光光度计;万分之一分析天平;超纯水机。试剂 硫酸、无水乙醇为优级纯,测定用水为超纯水。稀硫酸 量取5.70 mL,倒入50.00 mL水中,再加水稀释至100.00 mL;钡标准溶液 准确称取1.788 7 g氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于水,移入100 mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,此溶液每毫升相当于10.00 mg钡;钡标准使用液 吸取1.00 mL钡标准溶液,置于100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,此溶液每毫升相当于钡100 μg 。

1.2 分析步骤 称取50.00 g试样,加水溶解至500 mL,过滤,弃去初滤液,量取10.00 mL滤液置于25 mL比色管中。另取7支25 mL比色管,分别加入0 mL 0.1 mL 0.2 mL 0.4 mL 0.6 mL 0.8 mL和1.0 mL钡标准使用液,加纯水至10.00 mL刻度。于样品和标准管中各加入5.0 mL稀硫酸,10.0 mL乙醇,密塞,猛

烈振摇3 min。放置5 min,于420 nm波长,3 cm比色皿,以纯水为参比,测量吸光度。以减去空白后的吸光度对应钡质量,绘制工作曲线,从曲线上查出样品管中的钡质量。

2 结果与讨论

2.1 条件的选择

2.1.1 稀硫酸用量的选择 取6支25 mL比色管,分别加入0.60 mL钡标准使用液,各分别加入纯水13.40 mL,12.40 mL,11.40 mL,10.40 mL,9.40 mL,8.40 mL。再分别加入1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,6.00 mL稀硫酸,10.00 mL乙醇,密塞,猛烈振摇3 min。放置5 min,于420 nm波长,3 cm比色皿,以纯水为参比,测量吸光度,结果见表1。

表1 稀硫酸用量的实验

稀硫酸用量(mL)	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00
浊度	0.075	0.079	0.080	0.080	0.080	0.078

由表1可知,稀硫酸加入量在3 mL到5 mL之间时,吸光度最大。考虑到食盐中钡含量差别很大,统一采用加入稀硫酸5 mL。

2.1.2 乙醇用量的选择 由于硫酸钡在水中有一定的溶解度,对低浓度钡影响大,造成曲线向上弯曲。乙醇加入量越大,空白值越低。但同时,加入乙醇越多,挥发的越多,造成曲线重现性差。故选择加入和样品等体积的乙醇(10 mL)。

2.2 工作曲线的绘制 见表2。

表2 工作曲线

钡质量(μg)	0	10	20	40	60	80	100
浊度 y	0	0.016	0.029	0.056	0.080	0.109	0.142

表2可得:回归方程 $y=0.001\ 382x+0.000\ 5$,相关系数 $r=0.999\ 0$,达到显著相关。

作者简介:葛荣正(1975-),男,主管技师,从事卫生理化检验工作。

工作单位:西峡县疾病预防控制中心,河南 西峡 474500。

(下转103页)

表2 扶风县扩心病调查村综合防控措施落实情况

调查乡镇	调查村基本情况				主食种类比例(%)			
	现户数	户籍人数	常住人口	年人均收入(元)	大米	面粉	其他	主食购入
南阳	164	669	541	5 159	19	79.00	2.00	18.00
召公	151	642	523	5 159	19	79.00	2.00	18.00
合计	315	1 311	1 064	5 159	19	79.00	2.00	18.00

3 讨论

3.1 本次调查两个村合计人口891人,经由陕西省地方病研究所专家确诊,检出扩心病5例,类潜在型克山病1例,未检出扩心病新发病例,扩心病患病率为0.56%(与广西南宁地区1978年6个县抽样检查66 632例年龄7~93岁人群原发性扩张型心肌病共56例,患病率为84.00/10万,差距较大,原因尚需进一步分析研究);类潜在型克山病患病率为0.11%,扩心病的发病率为0。反映出我县扩张型心肌病的患病率较高。

3.2 我县为非克山病病区,历史上无克山病发生,且我县地处关中平原,地势平坦,农作物资源丰富,经济社会发展条件优于市内其它克山病区县。调查的两个村为半山区和邻近山区地带,自然环境和生产生活方式与克山病病区相似,群众住房以砖混结构为主,通风条件良好,生活环境整洁卫生,饮用深机井自来水,饮食结构以细粮为主,肉蛋、蔬菜等膳食种类丰富,可能的克山病致病因子强度较小,类潜在型克山病检出率较低。

3.3 两村共查891人,查出异常心电图224例,占总调查人数25.10%。其中召公村79例,占本村调查人

数18.10%;韩家窑村145例,占本村调查人数31.90%。召公村异常的心电图占有异常心电图35.30%,韩家窑村异常的心电图占有异常心电图64.70%。扩心病南阳检出3例,召公检出2例,导致南阳发病率高的可能原因是南阳处在半山区而召公处在邻近山区,召公的生产生活条件优于南阳,潜在的扩心病致病因子强度较小。

3.4 扩心病病因不明,本次调查得到的结论仅能反映目前的患病情况,可以为克山病区防治效果进行科学评估和修订克山病控制标准提供一定参考,但要得到人群自然发病和患病数据,建议做更大规模和更长期的观察。

参考文献:

- [1]杨杰,何新科,马长安,等.1999-2004年陕西省旬邑县克山病情监测[J].中国地方病学杂志,2004,23(5):502.
- [2]杨杰,何新科,吕晓亚,等.2005年陕西省旬邑县克山病情监测报告[J].中国地方病学杂志,2006,27(6):680-682.
- [3]相有章,宋继金,宋术亮,等.慢型克山病与扩张型心肌病对比研究[D].中国科学院上海冶金研究所材料物理与化学(专业),2000.

(收稿日期:2011-12-12)

(上接101页)

2.3 方法重现性实验 取6支25 mL比色管,分别加入0.60 mL钡标准使用液,加纯水至10.00 mL刻度。于标准管中各加入5.00 mL稀硫酸,10.00 mL乙醇,密塞,猛烈振摇3 min。放置5 min,于420 nm波长,3 cm比色皿,以纯水为参比,测量吸光度,见表3。

表3 重现性实验

管号	1	2	3	4	5	6
浊度	0.080	0.078	0.081	0.084	0.076	0.081

由表3可知,变异系数为3.45%,符合微量分析的要求。

2.4 回收率的测定 为了检验方法的准确性,按照实验方法在样品中分别加入不同量的标准溶液,用标准加入法测定回收率,其结果见表4。由表4可知,方法的回收率为95.00%~101.60%,说明本方法的准确度加较高。

表4 样品回收率的测定实验

标准加入量(μg)	测定值(μg)			平均值(μg)	回收率(%)	RSD(%)
30	28.40	28.70	28.50	28.50	95.00	0.50
50	49.80	49.40	50.10	49.80	99.60	0.70
70	70.70	71.00	71.50	71.100	101.60	0.60

3 结论

利用钡离子与硫酸根生成硫酸钡,浑浊,其浑浊度和食盐中钡离子含量呈正比关系。根据标准曲线或回归方程可得到食盐中的钡含量。其方法线性范围宽,相关系数、重现性、稳定性好,适用于基层疾控机构食盐中钡含量的定量检测。

参考文献:

- [1]GB/T5009.42-2003,食盐卫生标准的分析方法[S].2003.
- [2]杨定清,付绍清.饮用矿泉水中微量钡的测定方法[J].四川环境,1999,18(2):32-34.

(收稿日期:2011-11-14)