

《化学试剂》期刊“分析方法、分析仪器领域的新进展”

[1] [石墨炉原子吸收光谱法直接测定铁镍基高温合金中的银、砷、铋、铅、硒、碲](#)

采用石墨炉原子吸收光谱仪,实现了铁镍基高温合金中痕量银、砷、铋、铅、硒、碲元素的直接测定,分析过程简便快捷,测定结果准确可靠。为了有效消除基体干扰,基于仪器纵向交流塞曼效应扣除背景这一优点,选用铁镍基标准样品建立工作曲线,并在该方法条件下考察了溶样酸和石墨炉温度制度条件。试验结果表明,各元素在其试验条件下均获得了较好的工作曲线,其线性相关系数 R^2 均高于 0.998; 试验测得样品 GBW01631 中银、砷、铋、铅、硒、碲元素的回收率在 94.4% ~ 110% 之间; 样品 GBW01632 和 GBW01634 中各元素的相对标准偏差 $RSD(n=6)$ 分别介于 1.6% ~ 9.6% 和 0.85% ~ 6.4% 之间,即试验获得了良好的准确度和精密度。

引用本文: 张亮亮,雷亚宁. 石墨炉原子吸收光谱法直接测定铁镍基高温合金中的银、砷、铋、铅、硒、碲[J]. 化学试剂, 2018, 40 (04) : 348-352.

[2] [SPE-HPLC 法同时测定汉麻提取物中 3 种大麻酚含量](#)

建立了 SPE-HPLC 法同时测定 3 种大麻酚的方法。液相检测条件: Venusil XBP C18(L): 4.6×150 mm, 5 μ m; 流动相为 $V(\text{甲醇}): V(0.1\% \text{甲酸})=80:20$; 柱温为 40℃; 检测波长为 220 nm; 流速为 1 mL/min。3 种大麻酚的线性回归方程 R^2 均大于 0.999, 精密度实验、重复性实验 RSD 均在 1.05% 以内, 回收率范围为 99.6% ~ 112.7%。此方法操作简便、准确度高, 可作为 3 种大麻酚的质量控制标准。

引用本文: 张旭,孙宇峰,田媛,等. SPE-HPLC 法同时测定汉麻提取物中 3 种大麻酚含量[J]. 化学试剂, 2018, 40 (06) : 547-550+554.

[3] [GO-CMWNTs-CS-GCE 电极检测腐败小白菜中亚硝酸盐的含量](#)

采用氧化石墨烯(GO)、羧基化碳纳米管(CMWNTs)、壳聚糖(CS)复合膜来滴涂玻碳电极(GCE)得到修饰电极 GO-CMWNTs-CS-GCE,并用于检测 NO_2^- 。采用循环伏安法考察亚硝酸根的电化学行为,探究了亚硝酸根的检测条件。结果表明,在扫速 0.1 V/s, pH 4.7 (PBS 缓冲溶液) 的条件下,修饰电极对 NO_2^- 的氧化有显著的电催化活性,线性范围为 $1.0 \times 10^{-7} \sim 0.40 \text{ mol/L}$; 信噪比为 $S/N=3$ 时,检出限为 $1.1 \times 10^{-8} \text{ mol/L}$ 。修饰电极呈现良好的稳定性、重现性和抗干扰性,可用于腐败小白菜中亚硝酸盐的测定。

引用本文: 李荣强,张军丽,闫永康. GO-CMWNTs-CS-GCE 电极检测腐败小白菜中亚硝酸盐的含量[J]. 化学试剂, 2018, 40 (03) : 235-238.

[4] [超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法检测茶叶中玉米赤霉烯酮](#)

为探索检测茶叶中玉米赤霉烯酮的较佳方法,建立了发酵黑茶中玉米赤霉烯酮的超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱(UPLC-Q-TOF-MS)检测方法。用甲醇水溶液($V(\text{甲醇}):V(\text{水})=7:3$)提取玉米赤霉烯酮,以乙腈-水溶液为流动相,采用负模式,借助UPLC-Q-TOF-MS进行测定分析。玉米赤霉烯酮的质量浓度为 $0\sim 1\,000\ \mu\text{g/L}$ 时,浓度与峰面积呈良好的线性关系;方法检出限(LOD, $S/N\geq 3$)为 $2\ \mu\text{g/kg}$,定量下限(LOQ ≥ 10)为 $6.6\ \mu\text{g/kg}$,相对标准偏差(RSD)为 $1.3\%\sim 6.8\%$;同时,不同茶叶样品的3个加标水平下,玉米赤霉烯酮的平均回收率为 $85.6\%\sim 105.5\%$ 。利用该方法检测32个黑茶样品中的玉米赤霉烯酮,结果显示,32个黑茶样品中的玉米赤霉烯酮的含量均低于国家标准,该方法操作简单、选择性好、灵敏度高,满足茶叶中玉米赤霉烯酮的测定要求。

引用本文: 王丹,姚婷,甘卓亭,等.超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法检测茶叶中玉米赤霉烯酮[J].化学试剂,2019,41(02):162-167.

[5] [超高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中21种植物生长调节剂](#)

建立了超高效液相色谱-质谱/质谱法(UPLC-MS/MS)测定豆芽中多种植物生长调节剂残留量的方法。样品用酸化乙腈提取,浓缩置换试剂,经 $0.2\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤,以C18色谱柱分离待测物,采用多反应监测(MRM)离子扫描模式,外标法进行定量,线性良好。21种植物生长调节剂的方法检出限为 $0.001\sim 0.005\ \text{mg/kg}$,样品添加回收率为 $61.5\%\sim 118.3\%$,相对标准偏差为 $0.6\%\sim 8.3\%(n=6)$ 。该方法简单快捷,定量准确,可满足豆芽中21种植物生长调节剂的残留量检测要求。

引用本文: 黄志波,何健安,梁志刚,何少斌,李艳芳.超高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中21种植物生长调节剂[J].化学试剂,2019,41(04):392-397.

[6] [羧化碳纳米管修饰电极同时测定邻、对苯二酚](#)

采用滴涂法将羧化多壁碳纳米管(c-MWCNT)修饰于玻碳电极表面,以此修饰电极采用循环伏安法对邻苯二酚和对苯二酚进行测定,二者的氧化峰和还原峰峰电位差均超过 $100\ \text{mV}$,可实现对邻、对苯二酚的同时测定。对测定条件,包括底液pH、c-MWCNT修饰量进行了优化,研究了峰电流与扫描速度的关系。在优化的实验条件下,氧化峰电流与邻苯二酚和对苯二酚浓度在 $5.00\times 10^{-5}\sim 5.00\times 10^{-3}\ \text{mol/L}$ 范围内呈现良好的线性关系,检出限($S/N=3$)分别为 $4.30\times 10^{-6}\ \text{mol/L}$ 和 $3.80\times 10^{-6}\ \text{mol/L}$,检测了加标自来水样和湖水样的回收率,获得了良好的结果。

引用本文: 常凤霞,王宇,刘思麟,等.羧化碳纳米管修饰电极同时测定邻、对苯二酚[J].化学试剂,2019,41(02):158-161.

[7] [高效液相色谱法测定地表水中四环素类抗生素](#)

利用 1-己基-3-甲基咪唑六氟磷酸盐离子液体萃取-高效液相色谱法检测养殖场周边地表水中四环素类抗生素的含量。样品前处理比较了锰、铜、锌和钴金属离子与抗生素配合后的离子液体萃取效果。在流动相中比较草酸、柠檬酸、磷酸二氢钾、三氟乙酸作为流动相添加剂对四环素类抗生素峰型的改善效果。结果表明, 锰离子作为金属配合剂, 萃取效率更高, 以磷酸二氢钾作为流动相添加剂, 基线噪声较小, 检测限最低, 3 种抗生素峰型较好。方法的线性范围为 0.05~8.0 mg/L, 具有良好的线性关系(0.999 4~1.000 0), 较低的检出限($3.5\sim 8.4\times 10^{-3}$ mg/L)及较好的精密度 RSD (0.31%~0.68%)。实际样品重复检测 3 次的方法回收率为 86.4%~103%, 相对标准偏差 $\leq 2.10\%$ 。

引用本文: 周晚晴, 黄金飞, 金小玲, 等. 高效液相色谱法测定地表水中四环素类抗生素[J]. 化学试剂, 2020, 42 (02) : 180-185.

[8] [HPLC-ICP-MS 联用测定稻米中的无机汞和甲基汞](#)

建立稻米中无机汞(Hg(II))和甲基汞(MeHg)的液相色谱-电感耦合等离子体质谱检测方法。样品中的 Hg(II)和 MeHg 经提取液(0.1%L-半胱氨酸+5%甲醇)超声提取、0.22 μ m 水系滤膜过滤净化, 以 0.1%L-半胱氨酸+0.06 mol/L 乙酸铵+5%甲醇为流动相, 用 Venusil ~ MP C18 色谱柱分离, 以电感耦合等离子体质谱进行测定。结果显示, Hg(II)和 MeHg 能有效分离, 且在 0.10 ~ 5.00 μ g/L 范围内线性关系良好。当称样量为 0.5 g 时, 方法的检出限(LOD)为 0.001mg/kg, 定量限(LOQ)为 0.003 mg/kg, Hg(II)的加标回收率为 94.5% ~ 96.3%, MeHg 的加标回收率为 99.1% ~ 106.7%。本方法准确、快速、便捷, 可应用于稻米中 Hg(II)、MeHg 的同时测定。

引用本文: 龚燕, 尚晓虹, 赵馨. HPLC-ICP-MS 联用测定稻米中的无机汞和甲基汞[J]. 化学试剂, 2018, 40 (03) : 257-260.

[9] [一种基于荧光素的新型荧光探针用于快速检测次氯酸及在活细胞成像中的应用](#)

作为生物系统中一种主要的活性氧(ROS), 次氯酸/次氯酸盐(HClO/CLO-)在免疫系统中扮演重要的角色, 过量的次氯酸会引发很多疾病。因此, 次氯酸的高灵敏检测对疾病早期预测具有重要意义。基于此, 设计并合成了一种基于荧光素的新型荧光探针并用于检测次氯酸。结果表明, 该探针能够快速、高灵敏地检测次氯酸, 其检测限低至 0.50 μ mol/L。同时, 通过对活细胞成像的研究表明, 该探针具有潜在的生物应用前景。

引用本文: 汪文杰, 朱龙, 江玉亮, 韦国. 一种基于荧光素的新型荧光探针用于快速检测次氯酸及在活细胞成像中的应用[J]. 化学试剂, 2018, 40 (09) : 863-866.