

2. 试剂

(1) 浓硫酸。

(2) 高氯酸钾。

(3) 显色剂 2%M-2-(α -吡啶酮)- α -吡啶联脲乙醇溶液。

(4) 钴的标准溶液 称取0.100g金属钴(纯度99.9%以上),置于250mL烧杯中,加入1:1硫酸溶液15mL,加热溶解,冷却至室温,移入1000mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀,此标准液每毫升含0.1mg钴。使用时吸10mL用水稀释定容至100mL,此标准使用液每毫升含10 μ g钴。

3. 试验程序

(1) 标准曲线绘制 吸取钴的标准使用液1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mL于50mL比色管中,加入5mL浓硫酸及0.2g高氯酸钾进行缓慢加热消化,消化完后,将过量的硫酸加热挥发除去,冷却后用10mL水稀释,用氨水调节至pH5.5,加入2mL显色剂、10mL浓硫酸,此时形成粉红色的钴的络合物,用水稀释至50mL,于分光光度计波长500nm处测定其吸光度,绘制标准曲线。

(2) 样品测定 吸取酒样10mL于50mL比色管中,同标准曲线绘制步骤相同,测定样品吸光度。

4. 计算

$$\text{维生素B}_{12}\text{的含量}(\mu\text{g/L}) = \frac{m}{V} \times 22.97 \times 1000$$

式中 m ——试样测定时从标准曲线查出钴的质量, μg

V ——样品体积, mL

22.97——从钴的含量转换为维生素B₁₂的系数

第十节 维生素C

1. 原理

维生素C又称抗坏血酸,在酸性介质中,抗坏血酸与亚硒酸

能定量地进行氧化还原反应，生成的元素硒在溶液中形成稳定的悬浊液，该溶液生成的浊度与维生素C的含量成正比，在分光光度计425nm处测定样品溶液的浊度，可以计算出维生素C的含量。

2. 试剂

(1) 2mol/L盐酸 吸取浓盐酸167mL加入装有水的烧杯中，混匀后转入容量瓶中加水定容至1000mL。

(2) 亚硒酸溶液 称取1.0g氧化硒，置于80mL水中，加20mL浓盐酸，摇匀后使二氧化硒完全溶解呈透明溶液。

(3) 维生素C标准溶液 称取标准维生素C结晶体50mg，溶于3%的偏磷酸溶液中，并定容至500mL，此溶液含维生素C 0.1mg/mL。

3. 试验程序

(1) 标准曲线的绘制 分别吸取维生素C标准溶液0, 10, 20, 30, 40mL，分别置于100mL的容量瓶中，加5mL硒酸溶液，10min后用水稀释至100mL摇匀，置于分光光度计波长425nm处以空白试液调节零点测定各标准溶液的吸光度，绘制标准曲线。

(2) 样品测定 取试样10mL，于100mL的容量瓶中，与标准曲线绘制步骤相同，测定样品吸光度。

4. 计算

$$\text{维生素C的含量 (mg/L)} = \frac{m}{V} \times 1000$$

式中 m ——试样测定时，从标准曲线上查出维生素C的质量，mg
 V ——试样体积，mL

第十一节 维生素D

1. 原理

溶于乙醇的维生素D在波长265nm处对光具有最大的吸收度，光的吸收度与维生素D的含量成正比，故可以定量测定。

2. 试剂

(1) 无水乙醇。