

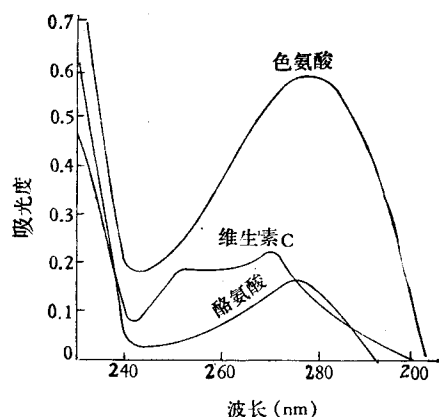


图2 色氨酸酪氨酸维生素C的吸收光谱
(色氨酸、酪氨酸均为20微克/毫升,在pH6磷酸盐缓冲剂中,维生素C为水溶液,20微克/毫升)

本法适用于谷物和豆类中色氨酸测定,但不适用于某些油料作物,如棉籽中有棉酚和菜籽中有黑芥甙等一类干扰物质,难以除去。

图2是色氨酸、酪氨酸的吸收光谱,在pH=6的磷酸盐缓冲溶液中,它们的吸收峰分别在280 nm和275 nm。在此条件下,色氨酸和酪氨酸的吸收曲线在288 nm处几乎不重叠。因此,可在288 nm单独测定色氨酸。为补偿试样中酪氨酸在此波长所产生的少量吸收,我们在绘制工作曲线时于色氨酸标准液中加入适量酪氨酸。

图3是酪氨酸在不同pH的吸收曲线。当pH=10.5,则酪氨酸吸收峰与色氨酸吸收峰重合^[2]。测定时溶液的最适pH为6。

粮食中可溶性碳水化合物、饱和脂肪酸、非共轭型不饱和脂肪酸及多数维生素,吸收峰都在270 nm以下。

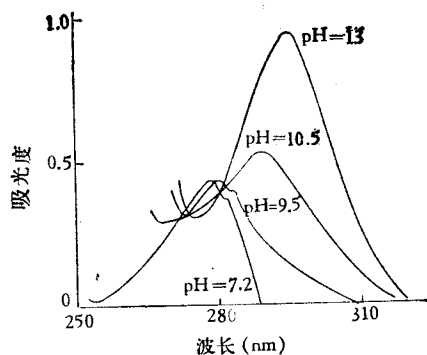


图3 不同pH下酪氨酸的吸收曲线

本法干扰主要来自共轭型不饱和脂肪酸,含有共轭双键的不饱和脂肪酸,其吸收发生红移。含有三个共轭键时,吸收峰约在270 nm^{[3][4]}。为了消除干扰,试样先用乙醚脱脂,还需用氯仿萃取试样的水解液,以除去残存的共轭型不饱和脂肪酸。

维生素C与色氨酸的吸收曲线在288 nm处有一小部分重叠(图1)。但维生素C易被空气氧化成脱氢型,其吸收在210 nm以下,因粮食中维生素C一般含量很少,故可不加考虑。

参 考 文 献

- [1] Edelhoch, H., *Biochemistry*, 6, 1948, 1967.
- [2] Rady, H., et al.: *Proteins*, New York, 220, 1973.
- [3] Mellon, M. G. *Analytical Absorption Spectroscopy*, 236, 347, 407, 1957.
- [4] AOAC, 12th Ed., 493, 1975.
- [5] 江苏无锡酶制剂厂等:《537酸性蛋白酶菌株选育及发酵研究报告》1977年。

[本文于1981年3月20日收到]

氨基酸分析仪出现峰高降低的故障分析及检修

赵德永 周鑫生

(北京市药品检验所)

氨基酸分析仪在生化和药物分析中的应用日趋广泛。用氨基酸分析仪测定氨基酸标准液时,在一定条件下,每次测定的结果,各峰应有固定的高度,当仪器产生某些故障时,则表现为峰形变化及峰高降低,灵敏度下降。

现以AA-100型氨基酸分析仪为例,具体分析如何排除故障,提高灵敏度,达到精确测量的目的。

仪器总体结构见方框原理图1,仪器的流程是样品从进样器(10)到分离柱(9),缓冲液泵将三种缓冲液分别压入分离柱,经分离的氨基酸在恒温反应器(4)内与从茚三酮泵(2)压入的茚三酮在一定温度下发生反应,再经光度鉴定器(5)把反应液的颜色变化转变为光电讯号,最后由记录器(8)记录电讯号的峰形。

当出现峰高降低时,我们从以下五个部分来分析

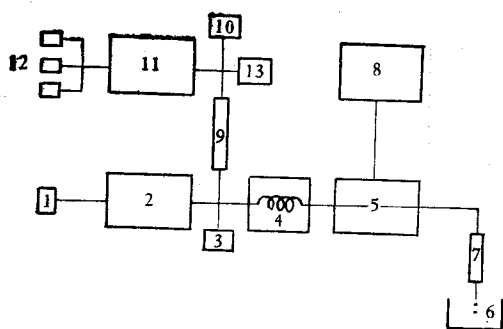


图 1

- (1) 茚三酮溶液 (2) 茚三酮泵 (3) 茚三酮压力计 (4) 恒温反应器 (5) 光度鉴定器 (6) 贮液器 (7) 流量计 (8) 四路十二点打点记录器, (9) 分离柱 (10) 进样品 (11) 缓冲液泵 (12) 三种缓冲液, (13) 缓冲液压力计

造成故障引起峰高下降之原因。

1. 记录器不能正确反应输入的电讯号。
2. 光度鉴定器输出讯号下降。
3. 恒温反应器中产物的颜色变浅,
4. 分离柱的分离效果有变化。
5. 标准样品的质和量的变化。

根据对以上总体分析再对仪器各部分性能做具体检查:

1. 对记录器的检查

光度鉴定器输出的光电讯号能否在记录器上正确

反应,是由记录器的电子系统和机械系统决定,可首先检查机械系统,在不通电时,用手轻轻推动记录笔的支架,这时记录笔应能在记录纸上轻快地横向滑动,否则应擦洗各活动部位的油污并滴加少量高级润滑油,使活动自如,然后可通用电毫伏讯号发生器(可按图 2 自制)分别检查四个输入回路是否达到标称满量程数值,如满量程为四毫伏,则可在四路输入端分别输入约 2 毫伏,记录每个输入回路相应的记录点,各点不应低于约 50% 的刻度值。

2. 光度鉴定器的检修

根据光度鉴定器的原理,可做如下具体检修。

- (1) 通电前检查光源灯泡应不发黑。
- (2) 通电后灯泡的电源电压应约 6V。

(3) 在流动池前面光孔处放一张半透明的白纸,检查光源的聚光情况,调整光源灯泡的空间位置使光点调在正中聚焦最好的位置。

(4) 检查流动液体池,应清洁透明,用毫伏计测定光电池的输出电压应约为 130 毫伏,再仔细调整光源的空间位置,使光电池的输出电压达到相对最大值。

3. 对恒温反应器检修

在反应器内,反应液的颜色变浅,记录器便表现峰高降低,又因反应液颜色的深浅与反应的温度、时间、显色剂的质和量,及样品的质和量等因素的变化有关。根据这些可做如下具体检查:

(1) 检查加热情况及传温介质是否能使反应螺旋管达到所要求的恒温。

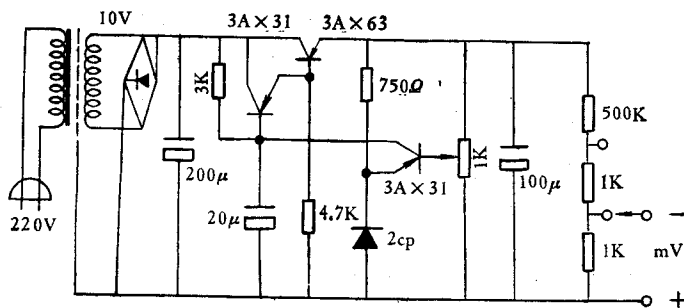


图 2

(2) 检查显色剂的质和量及输入速度输入压力的变化。

(3) 检查各管路是否有渗漏损失。

(4) 检查所用样品的质量变化,注意批号和贮存情况。

4. 注意分离柱分离效果的变化

我们所用的仪器出现峰高降低故障后,通过以上各步具体检查,查得峰高降低主要是光度鉴定器的输出降低所致。通过上述各步检修后峰高即达到了正常值。

[本文于 1981 年 5 月 20 日收到]