

味精中锌测定方法的改进

四川省绵阳市卫生防疫站 付益伦 杨义凤 张勇* 汪青山*

对于味精中锌的测定,国家标准方法^①是先将样品消化处理,然后加少量硫代硫酸钠作掩蔽剂,以双硫脲作显色剂进行测定;轻工业学院教材中的方法^②是不消化样品,将样品直接溶解测定,并加入较多的盐酸羟胺和硫化钠作掩蔽剂。前法用的量大,电费时,并且样品污染和损失的可能性大;后法由于加入大量掩蔽剂而使测定的灵敏度降低,为了解决上述两个问题,我们对味精中锌的测定方法进行了改进研究。

1 测定方法

1.1 原理

在PH4.0~5.5的弱酸介质中,锌离子与双硫脲形成可溶于四氯化碳的紫红色络合物,其颜色深浅与锌含量成正比,可与标准比较进行定量。

1.2 试剂

1.2.1 醋酸——醋酸钠缓冲液:称取41g醋酸钠($\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水,稀释至250ml。另取1:7的冰醋酸水溶液250ml与前者混合。

1.2.2 25%硫代硫酸钠溶液:称取25g硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),溶于100ml水中。

1.2.3 0.1%甲基橙指示剂:以20%乙醇溶液配制。

1.2.4 氨水

1.2.5 双硫脲四氯化碳使用液($T=50\%$)。

1.2.6 锌标准溶液:称取0.5000g基准锌,加10ml2N盐酸,溶解后转入500ml容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液浓度为1.00mg/ml锌。

1.2.7 锌标准使用液:吸取1.00ml锌标准溶液于10.0ml容量瓶中,加水至刻度,混匀。再吸取此液10.0ml于100ml容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液浓度为1.0ug/ml锌。

1.3 仪器

分光光度计。

1.4 操作方法

称取2.00g味精于50ml比色管中,加水溶解至25ml。

吸取1.0ug/ml的锌标准使用液0、1.00、2.00、3.00、5.00、7.00、9.00ml于50ml比色管中,加水至25ml。

分别于样液、标准液管中加1滴甲基橙指示剂,以氨水调至由红变黄,再各加10ml醋酸——醋酸钠缓冲液及1ml25%硫代硫酸钠溶液,混匀后,各加10.0ml双硫脲四氯化碳使用液,剧烈振摇4min后,静置分层,以水泵抽尽上面水层,下面四氯化碳层以脱脂棉过滤于1cm比色皿中,于分光光度计上,530nm波长处,以双硫脲四氯化碳使用液调零,测定其吸光度值,并通过回归处理,计算样品中锌含量。

1.5 计算

$$X = \frac{A \times 1000}{m \times 1000}$$

X——样品中锌含量, mg/kg

A——测定用样液中锌的含量, μg ;

m——测定用样品质量, g。

2 结果分析

2.1 两种不同掩蔽剂对标准系列吸光度值的影响:

取 A、B 两组标准系列分别于 50 ml 比

色管中, 加水至 25 ml, 其中 A 组按本方法操作, 用 7211 型分光光度计测定吸光度值。

B 组按轻工院校教材的方法: 分别加 10 ml 醋酸——醋酸钠缓冲液混匀。加 2 ml 20% 盐酸羟胺溶液, 2 ml 1% 硫化钠溶液, 混匀。加 10.0 ml 双硫脲四氯化碳使用液, 猛烈振荡 15 min 后, 自“静置分层”起, 操作同 A 组。两组测定结果见表 1 和图 1。

表 1 A 组和 B 组标准系列的吸光度值

浓度(μg)	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00	9.00	10.0	11.0	12.0	15.0	20.0
A 组	0.162	0.260	0.384	0.470	0.616	0.719	0.800	0.914	1.020	1.110	1.203	1.301	1.371	1.570	1.984
B 组	0.191	0.216	0.261	0.280	—	0.368	—	0.427	—	—	—	—	—	—	—

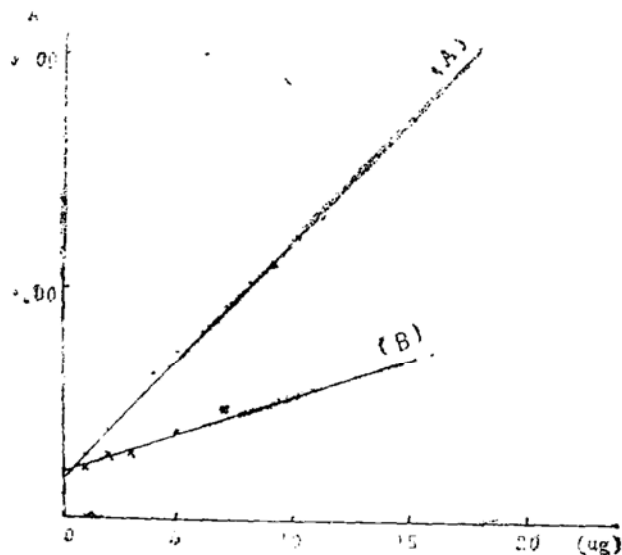


图 1 A 组和 B 组的回归直线图

由表 1 和图 1 可见, A 组优于 B 组, 多次测定, A 组在 10 μg 之内, 线性关系较好, 斜

率较高 ($r=0.9991$, $a=0.170$, $b=0.105$)

B 组则较差 ($r=0.9969$, $a=0.187$, $b=0.0346$)。

2.2 样品消化与不消化的测定结果比较:

A 组: 取 7 份样, 每份样称取 2.00 g 味精于 50 ml 比色管中, 以 25 ml 水溶解, 混匀。

B 组: 取样同 A 组, 置样品于 50 ml 锥形瓶内, 加硝酸——高氯酸消化至白色残渣, 白烟尽, 取下放冷, 以水转入 50 ml 比色管中, 加水至 25 ml, 混匀。

自“加 1 滴甲基橙指示液”起, 按上述方法操作。其测定结果见表 2。

经统计处理, 两组测定结果无显著性差异 ($t=0.1003 < t_{0.05}=2.179$, $P>0.05$ B 组的变异大于 A 组。

表 2 味精消化与不消化的测定结果比较 (μg)

样品号	1	2	3	4	5	6	7	$\bar{X}$	S	CV (%)
A 组	2.39	2.12	2.16	2.18	2.34	2.25	2.33	2.25	0.103	4.6
B 组	2.47	1.61	3.31	3.02	1.58	1.22	2.39	2.23	0.785	35

2.3 本方法标准系列的线性范围:

从表 1 和图 1 可见, 锌标准在 0~11 μg

范围内(A组)的线性关系良好($r=0.9991$)当标准大于 $11\mu\text{g}$ 后,测定值偏低。本法的线性范围 $0\sim 11\mu\text{g}$ 可以满足测定需要。

2.4 本方法的检出限和最低检出量:

按本方法测定了试剂空白13批共32个数据,其均值 $\bar{X}=-0.074\text{ mg/kg}$,标准差 $S=0.093(\text{ mg/kg})$ 。

$$\text{检出限} = \bar{X} + 3S$$

$$= -0.074 + 3 \times 0.093$$

$$= 0.20(\text{ mg/kg})$$

$$\text{最低检出量} = 3S = 3 \times 0.093$$

$$= 0.28(\text{ mg/kg})$$

2.5 本方法的精密度和回收实验:

称取 2.00g 味精于 50 ml 比色管中,各加

锌标准液 2.00 、 5.00 、 9.00 、 $10.0\mu\text{g}$,加水至 25 ml 溶解,混匀。自“加1滴甲基橙指示剂”起,按上述方法操作。其结果见表3和表4。由表3、表4可见,本法测定的范围在

表3 精密度实验

编号	样品数	均值(μg)	标准差(μg)	CV(%)
1	7	2.25	0.103	4.6
2	6	4.79	0.181	3.8
3	6	1.89	0.135	7.1
4	8	5.10	0.120	2.4
5	6	8.14	0.223	2.8
6	6	6.35	0.115	1.8

表4 回收实验

样品	本底值(μg)	加标值(μg)	测定次数	测定均值(μg)	平均回收率(%)	回收率范围(%)
1	0	2.00	7	2.25	112	106—120
		5.00	6	4.79	96	91—102
2	0	2.00	6	1.89	94	85—102
		5.00	8	5.10	102	93—105
		9.00	6	8.14	90	88—95
3	1.31	5.00	6	6.35	101	97—104

$0.8\sim 7.1\%$,平均回收率范围在 $90\sim 112\%$ 。

结 语

改进的味精中锌测定方法不需消化,直接溶解味精测定,改分液漏斗为比色管,用酸量少,省电,省时,减少了测定中样品的污染和损失,使用较高浓度的双硫脲四氯化碳进行一次提取,灵敏度较高,线性范围较宽,测定结果与国家标准方法测定的结果无显著性差异,精密度和回收率都较好。

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国国家标准,食品卫生检验方法(理化部分),中国标准出版社,1986。
- [2] 天津轻工学院编著,高等学校轻工专业实用教材,工业发酵分析,轻工业出版社,1983。

本文经卫生部食品卫生监督检验所苏德昭老师校审,特此致谢。