

# 双水相体系分光光度法测定味精中的微量铁\*

魏新军, 张永生, 李 波

(河南科技学院食品学院, 河南新乡, 453003)

**摘 要** 研究了在 PEG2000- $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -EBT 双水相体系中  $\text{Fe}(\text{III})$  的显色反应条件, 确定了以铬黑 T(EBT) 做萃取剂和显色剂时最佳的反应条件, 结果表明, 在 pH 9.0 缓冲液中,  $\text{Fe}(\text{III})$  与 EBT 形成红色络合物, 络合物最大吸收波长为 496 nm, 摩尔吸光系数为  $1.34 \times 10^5 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。此法和普通光度分析法相比萃取效果好, 灵敏度有较大提高, 用于味精中铁的测定, 效果满意。

**关键词** 双水相体系, 分光光度法, 铁, 味精

双水相萃取体系在生物产品的提取及分离方面具有广泛的应用<sup>[1]</sup>, 在金属离子的萃取分离方面也有报道<sup>[2~4]</sup>, 但将这种分离方法运用到测定金属离子的光度分析中的报道并不多<sup>[5]</sup>。笔者将双水相分离体系运用于测定味精中微量金属元素铁的光度分析中, 使金属离子的分离、富集、显色测定结合起来, 建立了一种新的光度分析方法。和有机溶剂光度分析法相比, 此法具有安全、无毒害、简便、快速的特点, 同时又使灵敏度有较大提高<sup>[6]</sup>, 效果令人满意。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

UV1100 紫外-可见分光光度计(北京瑞利分析仪器公司), WFJ80-1 分光光度计(北京第二光学仪器厂), AA6500 原子吸收分光光度计(日本岛津公司), pH S-3E 数字式酸度计(江苏电分析仪器厂); MD100-2 电子天平(上海天平仪器厂)。

PEG2000 溶液: 30% 的水溶液; EBT 溶液: 0.04% 的水溶液, 新鲜配制; 缓冲液: 用 1 mol/L 的  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  和 1 mol/L 的  $\text{NH}_4\text{Cl}$  按比例调配至 pH 9.0, 并用 pH 计测量准确 pH 值。

$\text{Fe}(\text{III})$  标准液配制: 按参考文献<sup>[7]</sup>配成, 用时浓度为  $5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。所用试剂皆为分析纯, 试剂用水为去离子水。

### 1.2 试验方法

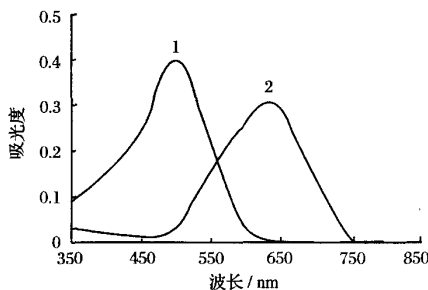
在 125 mL 的分液漏斗中加入 1 mL EBT 和一定量的  $\text{Fe}(\text{III})$  标准溶液, 摇匀后加入 pH 9.0 的  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - $\text{NH}_4\text{Cl}$  缓冲液, 补水至 10 mL, 然后加入 10 mL PEG 溶液, 摇匀后加入 2 g 无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  固体, 振

荡 3~5 min 后静置 10 min, 待分相清晰后, 弃去下层水相, 将上层萃取相放入 10 mL 刻度试管内, 补水到 10 mL; 同时另取一分液漏斗, 按上述步骤配制试剂空白, 以其做参比, 在 496 nm 条件下测吸光度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 萃取相吸收曲线的测定

按试验方法获取萃取相与试剂空白在波长 350~800 nm 范围内进行扫描, 结果表明, 在 pH 9.0, 波长为 496 nm 时, 络合物的吸光度最大。而在此 pH 值下, EBT 的最大吸收波长为 640 nm, 两者相差 144 nm。在 496 nm 处测量。吸收光谱图如图 1 所示。



1: EBT+ $\text{Fe}(\text{III})$ 络合物, 以 EBT 为参比; 2: EBT, 以水为参比

图 1 吸收光谱图

### 2.2 酸度及缓冲液用量的影响

在 pH 8.5~9.2 范围内对显色反应无明显影响, 在 pH < 7 或 pH > 10 的情况下, 显色不稳定。本试验确定加入 pH 9.0 的  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - $\text{NH}_4\text{Cl}$  缓冲液 4.0 mL, 在此条件下显色稳定, 且吸光度大, 最大吸收波长稳定。

### 2.3 PEG 用量的影响

固定其他试剂用量, 改变 PEG 的加入量。试验表明: PEG 加入量少时, 由于浓度低, 不能形成双水相; 增大 PEG 用量, 分相效果好, 萃取率高, 络合物吸

第一作者: 硕士, 副教授。

\* 河南省科技厅自然科学研究项目(No. 200410467013)

收稿日期: 2006-12-11, 改回日期: 2007-04-17

光度大,但 PEG 增大到一定量时对分离效果影响不显著。本试验确定最佳用量为 10 mL。

#### 2.4 EBT 用量影响

固定其他试剂用量,改变 EBT 的加入量,测络合物的吸光度。结果表明,EBT 用量在 1 mL 左右时,络合物吸光度最大。本试验确定最佳用量为 1 mL。

#### 2.5 无水 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 用量影响

保持其他条件不变,改变无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  用量。结果表明,无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  用量少时,分相不清,萃取效果差。用量在 2.0 g 左右时,分相快,且清晰,络合物吸光度大,显色稳定。当无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  超过 2.5 g 时,萃取相粘度增大,体积变小,吸光度不稳。本试验确定无水  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  用量为 2.0 g。

#### 2.6 显色时间及稳定性

EBT-Fe(Ⅲ)络合物在放置 15 min 后,吸光度最大,以后每隔 1 h 测定吸光度,络合物在 6 h 内显色稳定,吸光度不变。

#### 2.7 标准曲线制作及灵敏度和检出限

配制不同浓度的 Fe(Ⅲ)标准溶液,按试验方法,在 496 nm 下测吸光度,绘制工作曲线(见图 2)。结果表明:Fe(Ⅲ)在 0~1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  范围内符合线性关系,线性回归方程为  $A=0.3889 \times C+0.0032$  ( $C$  为  $\text{Fe}^{3+}$  浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ),相关系数  $R=0.9985$ 。表观摩尔吸光系数为  $1.34 \times 10^5 \text{ L}/\text{mol} \cdot \text{cm}$ ,桑德尔灵敏度为  $4.17 \times 10^{-4} \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。11 次空白试验标准偏差  $S_b=2.3 \times 10^{-3}$ ,根据 IUPAC 建议,本法的检出限  $C=3S_b/K=1.8 \times 10^{-8} \text{ g}/\text{mL}$ 。

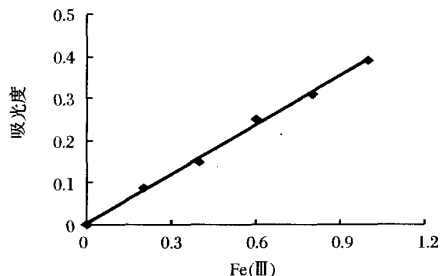


图 2 Fe(Ⅲ)的工作曲线

#### 2.8 共存离子的影响

在双水相体系中,加入 10  $\mu\text{g}$  Fe(Ⅲ),按 1.2 试验方法考察了常见离子对测定的影响,相对误差在  $\pm 5\%$  以内,允许 1 000 倍的  $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{Ba}^{2+}$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{SiO}_2$ ; 100 倍的  $\text{Ag}^+$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{NH}_4^+$ ; 10 倍的  $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Sn}^{2+}$ ; 等量的  $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 。

#### 2.9 样品分析

##### 2.9.1 精密度试验

称取某一市售味精样品 1.000 0 g 置于 50 mL 烧杯,加入 25 mL 混合酸( $\text{HNO}_3$  :  $\text{HClO}_4$  体积比为 4 : 1)进行消化处理。消化过程完毕后分 6 次加入 40 mL 水,以尽可能的蒸发出剩余的酸,最后移入 100 mL 容量瓶中,调整 pH,加水定容至刻度。取一定量样品溶液,按试验方法进行测量,结果如表 1 所示。

表 1 精密度试验结果

| 试样<br>编号 | 样品吸光度<br>(A) | 测定铁量<br>/ $\mu\text{g}$ | 平均值<br>/ $\mu\text{g}$ | 标准差  | 相对标准<br>偏差/% |
|----------|--------------|-------------------------|------------------------|------|--------------|
| 1        | 0.107        | 4.09                    | 4.03                   | 0.09 | 2.20         |
| 2        | 0.105        | 4.03                    |                        |      |              |
| 3        | 0.110        | 4.18                    |                        |      |              |
| 4        | 0.098        | 3.82                    |                        |      |              |
| 5        | 0.106        | 4.06                    |                        |      |              |

##### 2.9.2 准确度试验

取一定量样品溶液,然后准确加入一定量的标准铁溶液,进行回收率的测定。结果如表 2 所示。回收率在 96%~105.0%之间,平均回收率为 101.1%。

同一味精样品按国标方法 GB/T5009.90-2003 用原子吸收分光光度计测定铁含量,重复测量 3 次的平均值为 4.05  $\mu\text{g}/\text{g}$ ,与本法测定结果(4.03  $\mu\text{g}/\text{g}$ )基本一致。可见本试验方法是可靠的。

表 2 样品回收率

| 样品<br>号 | 测得 Fe(Ⅲ)<br>平均值/ $\mu\text{g}$ | 加入标准<br>Fe(Ⅲ)量/ $\mu\text{g}$ | 加标后测得<br>Fe(Ⅲ)量/ $\mu\text{g}$ | 回收值<br>/ $\mu\text{g}$ | 回收率<br>/% |
|---------|--------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|------------------------|-----------|
| 1       | 4.03                           | 3.00                          | 7.18                           | 3.15                   | 105.0     |
| 2       |                                | 3.00                          | 6.96                           | 2.93                   | 97.7      |
| 3       |                                | 3.00                          | 7.10                           | 3.07                   | 102.3     |
| 4       |                                | 3.00                          | 7.16                           | 3.13                   | 104.3     |
| 5       |                                | 3.00                          | 6.91                           | 2.88                   | 96.0      |

本试验用双水相萃取体系建立了一种新的测定味精中微量铁的光度分析法。该方法不仅简便、灵敏度高,而且准确可靠,值得推广应用。

#### 参 考 文 献

- 毛忠贵编. 生物工业下游技术[M]. 北京:中国轻工业出版社,1999. 141
- 邓凡政,魏 迎,陈 影,等. 双水相体系中  $\text{Cu}(\text{II})$ 、 $\text{La}(\text{III})$ 、 $\text{U}(\text{VI})$ 、 $\text{Ce}(\text{IV})$  光谱行为及萃取分离[J]. 光谱学及光谱分析,2004,24(12):1 637~1 639
- 黄振钟,吴欣欣,陈莉莉,等. PEG-( $\text{NH}_4$ ) $_2$  $\text{SO}_4$ -8Q5SAC 双水相分光光度法测定工业废水中的微量铜[J]. 江西师范大学学报(自然科学版),2006,30(2):145~147
- 张成强,张锦柱. 双水相体系在金属离子分离中的应用现状[J]. 湿法冶金,2004,23(4):182~184

- 5 田瑞启. 双水相体系中  $\text{Cu}(\text{II})$  的显色反应研究[J]. 光谱实验室, 1999, 16(3): 302~305
- 6 陈 斌. 苯丙酮酸与  $\text{Fe}^{3+}$  的显色反应及其应用[J]. 分

- 析测试学报, 2000, 19(3): 84~86
- 7 天津轻工业学院编. 工业发酵分析(上册)[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1980. 367

## Determination of Small Amounts Iron in Monosodium Glutamate by Spectrophotometry in Two-phase Aqueous System

Wei Xinjun, Zhang Yongsheng, Li Bo

(Department of Food, Henan Institute of Science and Technology, Xinxiang 453003 China)

**ABSTRACT** Study on color reaction condition of  $\text{Fe}(\text{III})$  in polyethylene glycol—2000(PEG)— $\text{Na}_2\text{SO}_4$ —eriochrome black T(EBT) two—phase aqueous system, the best reaction condition by using the EBT as the extractant and color reaction indicator was established. At pH9.0,  $\text{Fe}(\text{III})$  and PEG formed a red complex substance, the maximum absorption of the complex was 496nm, and the molar absorptive was  $1.34 \times 10^5 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ . Compared with the photometric analytical method, the extraction effect of this method was better, and the precision had a great improvement. The proposed method has been applied to the determination of small amounts iron with satisfactory result.

**Key words** two-phase aqueous system, iron, spectrophotometry, glutamate

信息窗

### 美国称找到利用糖制造燃料以取代石油的方法

科学家在近期出版的美国《科学》杂志上发表文章称,他们找到了一种转化糖的方法,可以将自然界中含量最丰富的糖直接转化为制造塑料和燃料的基础原料,使植物成为石油的替代来源。这是可再生能源技术研究取得的又一个重大进展。

借助一种被称为离子液体的溶剂,使用金属铬的氯化物作为催化剂,美国能源部太平洋—西北国家实验室的高级研究人员,以70%的产率从葡萄糖制得羟甲基糠醛,以90%的产率从果糖制得羟甲基糠醛。羟甲基糠醛是制造燃料或聚酯所需的基础原料,由它可以制造出上百种化工产品,因此羟甲基糠醛被看作是石油化工的替代来源。

曾有文章介绍如何从果糖制备羟甲基糠醛。该方法可以将葡萄糖直接高产率地转化成羟甲基糠醛。果糖和葡萄糖分子中各原子的排列位置不同,因此性质大不一样。已经证明葡萄糖要比果糖“顽固”得多,它的分子结构不容易被打破。绝大多数植物内部纤维状的骨架由纤维素构成,葡萄糖是纤维素的基本组成单位,在自然界的含量远比果糖丰富。

该方法在大约  $100^\circ\text{C}$  下,就有可能将大量的生物原料如树干、玉米秆、稻草秆、海藻等,转化成塑料、燃料及各种化学品的原料。而石油化工需要的温度是  $600^\circ\text{C}$ ,自然界中石油形成时则需要更高的温度和压力。康瑞德·张认为,直接利用生物作料制取燃料和化学品是一个富有挑战性的目标,此项研究指出了一个利用自然界最丰富的可再生资源制取羟甲基糠醛的极有潜力的途径。

政策法规标准

### 出口食品 2007 年 9 月 1 日起需加检验检疫标志

自 2007 年 9 月 1 日起,经出入境检验检疫机构检验检疫合格的所有食品将一律加施检验检疫标志。

检验检疫部门提醒食品出口企业,要充分引起重视,认真做好向检验检疫机构申请标志工作,同时也要求食品出口企业积极配合检验检疫机构对检验检疫标志加施进行监督检查、抽查核查等工作。对于不按照规定加施检验检疫标志,或者伪造、变造、盗用、买卖、涂改等违法改变检验检疫标志加施状态的行为,将会依法追究其相应的法律责任。

2007 年 6 月 1 日,国家质检总局发布《关于出口食品加施检验检疫标志的公告》,根据公告规定,所有经出入境检验检疫机构检验合格的出口食品,运输包装上必须注明生产企业名称、卫生注册登记号、产品品名、生产批号和生产日期,并加施检验检疫标志。出入境检验检疫机构要在出具的证单中注明上述信息,以确保货证相符,便于追溯;口岸检验检疫机构在对出口食品进行查验时如发现货证不符,或未加施检验检疫标志,一律不准出口。