

微量滴定法测定魔芋精粉中 SO_2 的研究

陈 浩, 郭付俊, 孙海峰, 项勇刚, 李 庆, 张 晶
(华中农业大学理学院化学系, 湖北 武汉 430070)

摘 要: 本文提出以常量蒸馏微量滴定法, 测定魔芋精粉中 SO_2 残留量, 并同蒸馏氧化法 (GB/T 5009.34-1996) 进行对比。对同一种样品, 两种方法的测定结果分别为: 2.055g/kg、2.051g/kg; 变异系数分别为: 0.16%、0.18%, 两种方法无显著性差异。常量蒸馏微量滴定法, 样品试剂用量少, 缩短了分析时间, 降低了成本, 是一种测定魔芋精粉中 SO_2 残留量很合适的分析方法。

关键词: 微量滴定; 测定; 魔芋精粉; SO_2

Study on Micro-Titration of SO_2 Content for Refined Konjac Flour

CHEN Hao, GUO Fu-jun, SUN Hai-feng, XIANG Yong-gang, Li Qing, ZHANG Jing
(Department of Chemistry, College of Sciences, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China)

Abstract: A new method based on the principle of titrating with iodine after distilling (GB/T 5009.34-1996) was presented. Micro-titrating with iodine after macro-distilling, was used to determine SO_2 residue on refined konjac flour. The results of the two methods were 2.055g/kg, and 2.051g/kg, respectively. Their variance coefficients were 0.16%, 0.18%, respectively. There

收稿日期: 2004-02-16

作者简介: 陈浩 (1963-), 男, 副教授, 硕士, 研究方向为现代农业分析、食品安全分析和药物分析。

表1 香菇中5'-核苷酸的含量及其回收率与精密度数据
Table 1 Content and recovery test of the 5'-nucleotides in lentinus edodes

核苷酸 Nucleotide	平均含量 Average content (mg/g, n=5)	加入量 Added (mg/g)	测定量 Found (mg/g)	回收率 Recovery (%)	相对标准偏差 RSD (%)
5'-IMP	2.82	2.79	5.62	100.4	2.07
5'-GMP	7.05	6.83	13.81	99.0	2.18
5'-UMP	4.25	4.03	8.19	97.8	1.91
5'-AMP	6.51	6.42	12.75	97.2	2.76

中甲醇浓度及酸度对各5'-核苷酸保留值和分离的影响。提高甲醇浓度, 5'-IMP、5'-GMP、5'-UMP和5'-AMP的保留值都明显减小且分离变差, 反之保留值显著增大。不加 H_3PO_4 或降低酸度, 上述核苷酸的保留值都减小, 分离变差甚至无法分离。这主要是因为酸性条件下, 5'-核苷酸的磷酸基和羟基的解离受到抑制, 同时5'-GMP, 5'-AMP上的 NH_2 在酸性介质中与 H^+ 形成离子对, 从而使上述5'-核苷酸的极性减弱, 结构差异增大, 因而保留值及其差值增大, 峰形尖锐, 分离变好。故优化的流动相为含0.05% H_3PO_4

的水-甲醇(90/10, V/V)体系。

参考文献:

- [1] 杨庆尧. 食用菌生物学基础[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1981. 202-203.
- [2] 郑集. 生物化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 1982. 193.
- [3] 张龙翔, 张庭芳, 李令媛. 生化实验方法和技术[M]. 北京: 高等教育出版社, 1981. 227-228, 254.
- [4] 乔世伟. 呈味核苷酸的提取[J]. 中国调味品, 2001, 20(2): 18-19.

was remarkable difference between the two methods. The method, micro-titrating with iodine after macro-distilling, had better advantages, for example, with smaller amount consumption of sample and reagent, shorter analytical time, reduced cost, and so on. It should be a good analytical method.

Key words: micro-titration; determination; refined konjac flour; SO_2

中图分类号: 0655.11

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)01-0198-04

魔芋精粉作为魔芋保健食品的原料或添加剂, 广泛应用于食品工业中。魔芋球茎中多酚氧化酶活性很强, 在热处理过程中易产生酶促及非酶褐变, SO_2 是加工过程中优异的护色剂和漂白剂, 但 SO_2 在食品中残留过多会对人体健康造成危害, 所以国内外对不同食品中 SO_2 残留量都有严格的规定。

魔芋精粉中 SO_2 含量的测定可用国家标准 GB/T5009.34-1996 食品中亚硫酸盐的测定方法、副玫瑰苯胺法、蒸馏氧化法^[1]、碘直接滴定法^[2]以及蒸馏中和法^[3]。由于副玫瑰苯胺法比较繁琐, 而且使用了甲醛和四氯汞钠, 对环境有污染; 而碘直接滴定法和蒸馏中和法有一定误差, 因此本文采用蒸馏氧化法, 并对其进行改进。将溶剂由水更换成乙醇, 降低了加热时的起泡现象; 采用微量滴定法, 减少了样品和试剂用量, 便于操作, 成本低, 缩短了测定时间。所测结果与常量滴定进行了对照, 两者不存在显著性差异, 方法精密度很高, 效果较好, 是一种测定魔芋精粉中 SO_2 含量的好方法。

1 材料与方法

1.1 仪器

分析天平(0.0001g); 电炉; 水浴锅; 铁架台; 圆底蒸馏烧瓶(500、250ml); 直形冷凝管;

尾接管; 容量瓶(250、100、25ml);

量筒(500、100、50、10ml); 锥形瓶(250ml);

移液管(25.00、10.00、5.000、2.000、1.000ml); 酸式滴定管(50.00ml); 三角瓶(25ml);

微量滴定管(WD-C03型, 3.000ml); 碘量瓶(100ml)。

1.2 试剂

浓盐酸 1:1 盐酸(浓盐酸:水=1:1, V/V); 乙酸铅溶液(20g/L); 1% 淀粉溶液(现配现用)95%乙醇; 0.01250mol/L 碘标准溶液。

魔芋精粉: 湖北产。

1.3 测定方法

称取约0.5000g样品置于装有50ml 25%乙醇的250ml 圆底蒸馏烧瓶中, 然后在圆底蒸馏烧瓶中加入2.000ml 盐酸(1:1), 立即盖塞, 振荡10min, 静置4h, 装上冷凝装置, 冷凝管下端应插入碘量瓶中的预先装入的5.000ml 乙酸铅吸收液中, 加热蒸馏。当馏出液约50ml 时, 使

冷凝管下端离开液面, 再蒸馏1min。用少量蒸馏水冲洗插入乙酸铅溶液的装置部分。

向取下的碘量瓶中依次加入2.000ml 浓盐酸、1ml 淀粉指示剂, 摇匀后用0.01250mol/L (I_2) 标准溶液滴定至变蓝且30s 内不褪色为止。

在检测样品的同时要做空白试验。

计算公式:

$$\omega(\text{SO}_2) = (V_1 - V_2) \times C(\text{I}_2) \times 64 / m$$

式中 $\omega(\text{SO}_2)$ -- 样品中二氧化硫的含量, g/kg;

V_1 -- 滴定样品液所用碘标准溶液体积, ml;

V_2 -- 滴定试剂空白所用碘标准溶液体积, ml;

m -- 样品质量, g;

$C(\text{I}_2)$ -- 碘标准溶液的浓度, mol/L;

64 -- 二氧化硫的摩尔质量, g/mol。

2 结果与分析

2.1 盐酸用量的影响

2.1.1 蒸馏提取盐酸用量的影响

测定时样品必须酸化后再蒸馏, 改变盐酸用量试验表明: 盐酸用量较小时, 测定结果偏低; 当盐酸用量在1.000ml 以上时, 测定结果基本不变, 所以盐酸用量以2.000ml 为宜。

2.1.2 微量滴定盐酸用量的影响

SO_2 与 I_2 反应要在酸性条件下进行, 改变浓盐酸用量测得结果如图1, 可以看出浓盐酸用量较小时, 测定结果偏低, 当浓盐酸用量在1.000ml 以上时, 结果基本不变, 本文浓盐酸用量可取2.000ml。

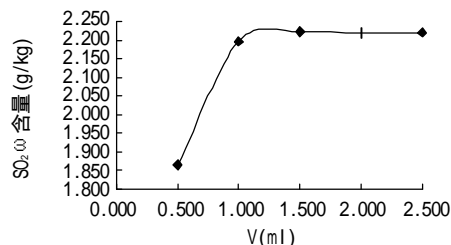


图1 微量滴定盐酸用量的影响

Fig.1 Effect of volume of HCl in micro-titration process

2.2 乙醇浓度的影响

魔芋精粉在冷水中极易吸水膨胀形成溶胶, 因此本文将水更改为乙醇, 并考察乙醇的浓度对测定结果的影

表1 乙醇浓度(%)的影响
Table 1 Effect of alcohol concentration

浓度(%) Concentration(%)	10	15	20	25	30	40	50	75
SO ₂ 含量 ω (g/kg)	2.050	2.174	2.213	2.250	2.227	2.168	2.116	1.996

响(表1), 乙醇浓度为25%左右时效果最好, 浓度过高或过低, 结果都偏低, 而且浓度过高, 蒸馏时易暴沸, 样品会进入碘量瓶, 造成结果严重偏低, 而且很危险。本文选择25%乙醇为提取剂。

2.3 振荡时间的影响

由于魔芋精粉容易结块, 加入样品后必须振荡, 从表2中可以得知, 振荡时间大于5min后, 振荡时间对测定结果影响不大, 本文选择振荡时间为10min即可。

表2 振荡时间t(min)的影响
Table 2 Effect of surge time

时间 Time(min)	5	10	20	30
SO ₂ 含量 ω (g/kg)	2.129	2.224	2.223	2.226

2.4 浸泡时间的影响

试验表明: 随着浸泡时间增加, 测定结果增大(表3), 本文选择浸泡时间4h。

表3 浸泡时间t(hour)的影响
Table 3 Effect of marinating time

时间 Time(h)	0	2	4	6	8	10
SO ₂ 含量 ω (g/kg)	2.096	2.113	2.216	2.219	2.224	2.222

2.5 蒸馏时间的影响

蒸馏时间过短, SO₂ 提取不完全, 蒸馏时间过长, SO₂ 挥发, 因此必须选取合适的蒸馏时间。结果表明(表4)蒸馏时间20min比较合适。

表4 蒸馏时间t(min)的影响
Table 4 Effect of distilling time

时间 Time(min)	10	15	20	25	30
SO ₂ 含量 ω (g/kg)	2.119	2.198	2.227	2.224	2.214

2.6 取样量的影响

从表5中可以看出取样量在0.2000g以上时, 测定

结果基本不变, 因此本方法可以将取样量缩小至0.2000g, 使得样品、试剂消耗量进一步减少, 更加显现出微量滴定法的优越性。

表5 取样量m(g)的影响
Table 5 Effect of sample mass

样品质量 m(g)	0.1005	0.2006	0.4006	0.6006	0.8003
SO ₂ 含量 ω (g/kg)	2.221	2.253	2.251	2.251	2.253

魔芋精粉在蒸馏过程中很容易起泡, 样品量越多, 蒸馏温度越高, 越容易起泡。要减少起泡现象的发生, 首先要控制好蒸馏时的温度, 升温不要太快, 最好用水浴或油浴, 一旦有泡沫生成, 应降低温度, 同时要防止倒吸; 其次, 可以减少取样量, 或者换用大容量的烧瓶; 另外, 还可以加入消泡剂。

2.7 方法间的显著性检验

表6 两种方法测定魔芋精粉中SO₂含量的结果 ω (g/kg)

Table 6 The content of SO₂ for refined konjac flour with two method

样品 Sample	常量蒸馏常量 滴定法(国标) Macro-titration	常量蒸馏微量 滴定法(本法) Micro-titration
1	2.059	2.050
2	2.052	2.055
3	2.055	2.048
平均Average	2.055	2.051
变异系数(%) Variancecoefficient	0.1577	0.1806

从表6中可以看出, 两种方法测定平均值分别是: 2.055, 2.051g/kg, 测定结果吻合, 变异系数(相对平均偏差)分别为0.1577%、0.1806%。

表7 方法间的显著性检验—F检验

Table 7 Marked inspection with different methods—F inspection

方 法	s	F
常量蒸馏常量滴定法 Macro-titration	0.003242	
常量蒸馏微量滴定法 Micro-titration	0.003704	1.305

查F表^[4], $f_{大}=2$, $f_{小}=2$, $F_{表}=19.00$, $F < F_{表}$, 说明两组数据的标准偏差没有显著性差异(双边, 置信度为90%), 故合并标准偏差为: $s=0.003481$ $t=1.5130$

查t表 $P=0.90$, $f=4$, $t_{0.10, 4}=2.13$, $t < t_{0.10, 4}$,

红曲红色素光稳定性测定方法探讨

王红娟, 连喜军*, 郭坤亮, 王昌禄, 刘 秀
(天津科技大学食品科学与生物工程学院, 天津 300222)

摘 要: 对市售红曲红色素粉进行了分离, 得到红色色素、桔红色色素和黄色色素, 其最大吸收波长分别为 $490 \pm 5\text{nm}$, $374 \pm 5\text{nm}/490 \pm 5\text{nm}$, $367 \pm 5\text{nm}$ 。在固定光源、固定照射距离的条件下对红色色素的光稳定性进行了测定, 确定出了最适合的初始光照色素浓度为 0.01% (吸光度为 1.089), 最适合的色素液厚度为 4.5mm , 光照 1h 红色素的保存率为 35% 。

关键词: 红曲红色素; 褪色; 测定方法

Photostability Discussion on Method of Determination of Monascus Pigments Powder

WANG Hong-juan, LIAN Xi-jun*, GUO Kun-liang, WANG Chang-lu, LIU Xiu
(School of Food Science and Bioengineering, Tianjin University of Science and Technology,
Tianjin 300222, China)

Abstract: The red, orange and yellow pigments were obtained by separating monascus pigments powder, their maximum absorbance were $490 \pm 5\text{nm}$ (red pigments), $374 \pm 5\text{nm}/490 \pm 5\text{nm}$ (orange pigments) and $367 \pm 5\text{nm}$ (yellow pigments). The optimum original concentrations and thickness of red pigments solutions for shining were established by determining the fading of red pigment solutions in the conditions of fixed light source and irradiating distance. They were 0.01% (absorption 1.089) and 4.5mm . The percent of residue of red pigment in this condition for 1h was 35% .

收稿日期 2003-12-25

* 通讯作者

作者简介: 王红娟 (1981-), 女, 在读硕士, 研究方向为农产品加工与贮藏。

故常量蒸馏微量滴定法与常量蒸馏常量滴定法之间不存在显著性差异。

2.8 样品分析

湖北魔芋资源非常丰富, 魔芋精粉年产量很大, 出口前景广阔。采用上述方法对实际样品进行了分析, 结果见表 8。

表8 实际样品分析
Table 8 Sample analysis

样品质量 $m(\text{g})$	0.2002	0.2002	0.2002
SO_2 含量 $\omega(\text{g/kg})$	2.245	2.277	2.265
平均值 (g/kg)	2.262		
Average (g/kg)			
相对标准偏差 $(\%)$			
Relative standard deviation $(\%)$	0.51		

3 结 论

常量蒸馏微量滴定法测定魔芋精粉中二氧化硫含量准确度高, 消耗样品与试剂少, 耗时短, 降低了成本, 而且还可应用于其他植物样品中二氧化硫的测定。

参考文献:

- [1] 王肇慈. 粮油食品卫生检测(第二版) [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2001.
- [2] 王义华, 卿晓红, 钱龙, 等. 魔芋精粉中二氧化硫含量的简便测定方法——碘直接滴定法 [J]. 贵州农学院学报, 1996, 15(2): 68-71.
- [3] 王中凤, 刘佩瑛, 张盛林. 魔芋粉中 SO_2 测定方法的比较研究 [J]. 西南农业大学学报, 2001, 23: 422-424.
- [4] 武汉大学. 分析化学(第四版) [M]. 北京: 高等教育出版社, 2000.