

混合胶束协同增敏光度法测奶粉中微量锌

杜娟

(襄樊学院化学与生物科学系,湖北 襄樊 441053)

摘要: 研究了混合表面活性剂 SDS-OP 对二甲酚橙(XO)光度法测锌(II)的增敏作用。在醋酸-醋酸钠缓冲体系中, 锌-二甲酚橙(XO)-SDS-OP 络合物呈紫红色, 络合物最大吸收波长为 580nm, 比不加表面活性剂时红移了 20nm。摩尔吸光系数达 $1.15 \times 10^5 \text{L/mol} \cdot \text{cm}$ 。锌含量在 0.0~28.0 $\mu\text{g/ml}$ 范围内符合比耳定律, 线性回归方程为: $A = 0.295C + 0.001$ 。该法用于奶粉中锌含量的测定, 结果令人满意。

关键词: 混合表面活性剂; 二甲酚橙; 光度法; 锌离子

Mixed Surfactants to Enhance Sensitizing Effect in Spectrophotometric Determination of Trace Zinc in Milk Powder

DU Juan

(Department of Chemistry and Biological Science, Xiangfan College, Xiangfan 441003, China)

Abstract: The sensitizing action of mixed surfactants (SDS-OP) in the in grain reaction of zinc and xylenol orange development

收稿日期: 2004-12-03

作者简介: 杜娟(1955-), 女, 副教授, 研究方向为光谱分析。

3 讨论

与以往试验研究不同^[8~10], 本试验采用甲酸铵缓冲液作为流动相测定了肌肉中肌苷酸的含量。图 1、2 表明, 肌肉组织样品提取液的肌苷酸色谱峰峰形优异, 且与其它组分的色谱峰之间达到了良好的分离, 保留时间与标准溶液中的基本一致。由表 1、2 可知: 肌肉组织样品中肌苷酸保留时间和肌苷酸含量的相对标准偏差分别为 0.02%、1.11%, 回收率为 100.33%~101.67%, 表明该方法具有较好的精密度和较高的准确性, 达到甚至优于以往报道^[8~10]。同时, 与以往试验研究采用的流动相相比, 本方法流动相中采用的甲酸铵为水溶性弱酸盐, 其化学特性可能更有利于延长色谱柱的使用寿命, 从而使本方法更适用于大量样品的测定。

4 结论

本文采用甲酸铵缓冲液作为流动相进行反相液相色谱分析, 优化了色谱条件, 提高了肌肉组织样品中肌苷酸含量测定的精密度和准确性, 达到了准确、快速测定肌苷酸含量的目的, 可应用于生鲜肉类食品中肌苷酸含量的检测分析。

参考文献:

- [1] 李慧芳, 陈国宏, 吴信生, 等. 动物肌肉肌苷酸研究进展[J]. 动物科学与动物医学, 1999, 16(4): 6-7.
- [2] 罗桂芬, 孙世铎, 陈继兰, 等. 肉类风味物质: 肌苷酸[J]. 中国家禽, 2004, 26(3): 41-43.
- [3] 苏一军, 李慧芳, 沈晓鹏, 等. 不同类型鸡肌肉肌苷酸含量分析和比较[J]. 中国家禽, 2002, 24(23): 9-10.
- [4] 李燕, 周培根, 戚晓玉. 肌苷酸和肌苷作为评价虾鲜度质量指标的研究[J]. 上海水产大学学报, 2002, 11(3): 264-267.
- [5] 刘望夷, 竺来发, 翁志发, 等. 肉用鸡肌肉中肌苷酸含量的比较[J]. 中国农业科学, 1980, (4): 79-83.
- [6] 苏淑贞, 吕志强, 庞新位, 等. 不同品种猪肉肌苷酸含量的测定[J]. 中国畜牧杂志, 1987, (6): 13-15.
- [7] 苏淑贞, 张正珊, 李群江, 等. 兔肉肌苷酸含量的测定[J]. 中国养兔杂志, 1990, (1): 27-28.
- [8] 李家胜, 陈民利. 高效液相色谱法测定畜禽肌肉中的肌苷酸含量[J]. 浙江农业大学学报, 1998, 24(3): 295-296.
- [9] 裘立群, 刘华琳, 黄化成. 高效液相法快速测定畜禽肌肉中肌苷酸含量[J]. 山东畜牧兽医, 2002, (1): 23-23.
- [10] 宋焕禄, 张建, 赵环环. 几种鸡肌肉中肌苷酸(IMP)的测定[J]. 食品科学, 2002, 23(2): 103-105.

was studied. With mixed surfactants SDS and OP, in a pH 5.4~6.0 buffer solution, the reaction formed a steady purplish red complex compound. The absorption maxima lied at 580 nm with its apparent molar absorptivity of $1.15 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$. Beer's law was obeyed in the range of 0.0~28.0 $\mu\text{g/ml}$ for zinc(II). Equation was: $A = 0.295C + 0.001$.

Key words: mixed surfactant; xylenol orange spectrophotometry; zinc iron

中图分类号 0657.32

文献标识码 A

文章编号 1002-6630(2005)12-0193-03

锌是人体必需的微量元素,存在于多种酶和胰岛素中。建立简便测定锌的方法成为分析工作者关注的问题。近年发展起来的表面活性剂增溶增敏显色反应的三、四元混配型络合体系光度法测定金属离子,该方法能显著地提高分析的灵敏度,是痕量分析的重要手段^[1]。本文研究了在阴-非离子型混合表面活性剂(SDS-乳化剂OP)的存在下,锌与二甲酚橙(XO)显色剂的光度分析特性。在pH5.5~6.3的范围内, $\lambda_{\text{max}} = 580\text{nm}$ 处,二甲酚橙与锌(II)形成稳定的配合物,比不加表面活性剂时红移了20nm,摩尔吸光系数为 $\epsilon = 1.57 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。此方法用于回收率实验结果令人满意。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

721型分光光度计 上海第三分析仪器厂; PHS-3C酸度计 上海第二分析仪器厂。

锌标准溶液: 质量浓度1mg/ml,用时再逐步稀释为10 $\mu\text{g/ml}$;

二甲酚橙水溶液: 质量浓度为0.2g/L;

pH为5.7的醋酸-醋酸钠缓冲溶液: 将100gNaAc·3H₂O溶于适量水中,加6mol/L HAc溶液13ml,稀释至500ml即可。

溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB): 物质的量浓度为 $5.49 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$; 乳化剂OP水溶液: 体积分数为10%(V/V); 十二烷基硫酸钠(SDS): 5g/L; Tween-80水溶液: 体积分数为1%(V/V)。所用试剂均为分析纯,并按常法配制,水为二次去离子水。

1.2 方法

在25ml带塞的比色管中依次加入0.2g/L的二甲酚橙4.0ml,事先配置好且已放置10min的SDS-OP(1:1相混合)混合溶液8.0ml,醋酸-醋酸钠缓冲溶液8.0ml,锌标准溶液1.0ml。用蒸馏水稀释至标线,摇匀。于室温下放置30min后,用1cm比色皿在580nm处,以不加表面活性剂的试剂空白作参比,测定吸光度。

2 结果与分析

2.1 吸收光谱与测定波长的选择

按实验方法,在实验条件下分光光度计上扫描依次得XO对蒸馏水、Zn²⁺-XO二元配合物、Zn²⁺-XO-SDS

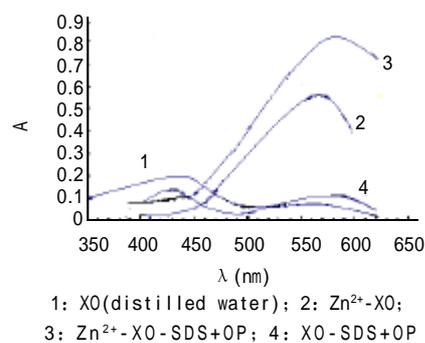


图1 吸收曲线

Fig.1 Absorption curves

+OP、XO-SDS +OP、配合物在400~650nm的吸收光谱,如图1所示。结果表明,XO在440nm处有最大吸收,加入Zn²⁺后,形成的Zn²⁺-XO二元配合物在560nm处有最大吸收,表现摩尔吸光系数 ϵ 为 $8.0 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。当加入混合表面活性剂(SDS+OP)后吸收峰红移至580nm处, ϵ 为 $1.57 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$,比不加表面活性剂提高96%,吸光度明显增强。实验选择对比度最大的吸收波长580nm为测定波长。

2.2 显色条件的选择

2.2.1 溶液的酸度及用量

实验发现当pH为5.5~6.3时吸光度最大且恒定。固定其它条件不变,改变缓冲溶液用量,分别测定体系的吸光度。结果表明,在1.0~8.0ml之间吸光度最大且恒定。本实验选用2.0ml缓冲溶液。

2.2.2 显色剂用量

固定其它条件不变,改变显色剂的用量,测吸光度。结果表明,显色剂用量对测定影响较大,显色剂最佳用量范围2.0~8.0ml。本实验选用4.0ml。

2.2.3 有机溶剂的影响

实验中分别向体系中加入乙醇、异戊醇、丙酮等有机溶剂,观察有机溶剂对络合物的吸光度的影响。实验表明,乙醇、异戊醇、丙酮等有机溶剂对体系的影响不大。

2.2.4 试剂加入顺序对吸光度的影响

实验中固定各种试剂用量,改变试剂加入顺序,测得体系的吸光度。实验表明,显色剂在表面活性剂前加入吸光度无明显变化,若显色剂在表面活性剂后面

加入则吸光度有所降低, 本实验选择: 二甲酚橙(XO) - 混合表面活性剂 - 缓冲溶液 - 掩蔽剂 - 锌(II)的顺序加入。

2.2.5 显色温度及时间

实验发现, 在10~30℃范围内, 反应达到平衡后吸光度值基本不变。为方便以室温为测试温度。在室温下, 显色反应发色时间较长, 约30min后完成, 但形成络合物稳定性较好, 放置2h吸光度基本不变。

2.2.6 表面活性剂选择及用量

通过对CTMAB、SDS、乳化剂OP和Tween-80四种单一表面活性剂及混合表面活性剂对显色剂和络合物的增敏作用的研究, 发现除CTMAB对二甲酚橙有增敏作用外, 其它三种表面活性剂对体系无明显的增敏作用。实验中, 分别配制了阳离子-非离子型表面活性剂(CTMAB-OP, CTMAB-Tween-80)和阴离子-非离子表面活性剂(SDS-OP和SDS-Tween-80)结果发现阴离子-非离子型混合表面活性剂SDS-OP对络合物的增敏作用大于单一的非离子型表面活性剂OP的增敏作用。故本实验选用了混合表面活性剂(SDS+OP), 并对其用量进行实验, 结果表明, 当加入8.0ml摩尔比为1:1的混合表面活性剂时, 摩尔吸光系数最大。而且实验发现两种表面活性剂应事先混合和放置片刻再加入效果更好。

2.2.7 工作曲线与检出限

按实验方法测绘工作曲线。结果表明, Zn(II)含量在0.0~28.0μg/25ml范围内符合比尔定律, 表观摩尔吸光系数 ϵ 为 $1.15 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。求得线性回归方程为 $A=0.295C+0.001$ 。相关系数 $r=0.988$ 。10次空白试验结果的标准偏差的3倍除以工作曲线的斜率求得检出限为0.0086μg/ml。在SDS+OP存在下, 用连续摩尔比法测得络合物中组成为Zn:XO=1:1。

2.2.8 共存离子的影响

25ml溶液中10μg Zn²⁺, 相对误差不大于±5%时, 对常见共存离子进行干扰试验, 结果表明: 共存离子允许倍数为: K⁺、Na⁺(2×10^3), Ca²⁺、Mg²⁺、Ba²⁺(200), Fe³⁺(50), 常见的阴离子不干扰测定。Fe³⁺可用氟化钠

掩蔽。

2.3 样品分析

称取奶粉5.00g于100ml锥形瓶中, 加硝酸20ml放置过夜, 于电热板上加热消化至淡黄色, 加高氯酸1ml, 继续消化至无色透明, 冒白烟, 赶酸后加水5ml, 放冷, 滴加氨水调节pH5~6, 放置片刻加入适量NaF固体, 待反应完全后转入100ml容量瓶中定容, 作为待测样品溶液。吸取此液2.00ml, 其余操作按1.2实验方法进行。在分光光度计上于580nm处测定吸光度(试剂空白作参比), 平行测定4次, 测定结果见表1, 加标回收率见表2。

表1 样品中锌含量的分析结果(n=5)
Table 1 Analytical results of Zn in samples

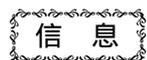
样品编号	单次测量值 (μg/ml)					平均值 (μg/ml)	RSD (%)
1	6.25	6.19	6.27	6.20	6.16	6.21	0.63
2	4.87	4.83	4.80	4.77	4.73	4.80	1.12
3	4.23	4.20	4.28	4.17	4.15	4.21	1.22

表2 回收实验
Table 2 Recovery tests

原有量 (μg/ml)	加锌量 (μg/ml)	测总锌量 (μg/ml)	回收率 (%)
6.19	12.0	17.94	97.9
6.20	14.0	19.97	98.4
6.16	16.0	22.21	100.3

参考文献:

- [1] 罗宗铭. 三元络合物及在分析化学中的应用[M]. 人民教育出版社, 1982.
- [2] 虞光禹. PAN光度法测定铜合金及铝合金中锌[J]. 冶金分析, 1994, 14(5): 29-322.
- [3] 戚文彬, 陈笑梅. 流动注射胶速增溶分光光度快速测定茶汤中微量锌[J]. 分析化学, 1990, 18(4): 362-3653.
- [4] 王建英, 刘茹. 表面活性剂的增敏作用在光度分析中的应用[J]. 理化检验—化学分册, 1998, 34(5): 228-231.



日本研制成合成树脂透明罐头盒

日本一家化学制品公司利用合成树脂制成了一种新型的透明罐头盒, 它由三层聚丙烯复合而成, 能完全密封, 可象金属罐一样用于包装鱼、肉、水果等食品, 在室温条件下可保存半年以上。与金属罐相比, 这种合成树脂透明罐不仅生产方法更简单, 而且由于内容物透明可见, 食品状态一目了然, 因此能通过视觉刺激来增强顾客的购买欲望。