

紫外分光光度法 测定食品添加剂苯甲酸的研究

宋常春 安徽技术师范学院 凤阳 233100

摘 要 本文研究了苯甲酸的紫外分光光度法, 实验证明: 样品中苯甲酸的最小检出量为0.0012mg/ml, 回收率达97%。该方法灵敏、快速、准确。

关键词 苯甲酸 测定 紫外分光光度法

Abstract A Ultraviolet Spectrophotometric determination of the food additive of benzoic acid is studies. The result show that the detection limit of benzoic acid in samples is 0.0012mg/ml and the recovery of benzoic acid in samples is about 97%. This method is sensitivity, rapid and accurate.

Keywords Benzoic acid Determine Ultraviolet Spectrophotometric

食品添加剂苯甲酸的测定, 通常采用乙醚提取碱滴定法和水蒸气蒸馏紫外分光光度法测定, 该二种方法测定手续繁杂且周期长, 回收率也较低。本文在结合前人工作的基础上, 试验研究了新的分析方法, 即乙醚萃取紫外分光光度法。样品分析结果表明: 该方法简便准确、快速可行。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

苯甲酸标准溶液: 0.05mg/ml (准确称取0.5000g 苯甲酸 (AR) 于1000ml 容量瓶中, 以0.01mol/L的NaOH溶解并稀释至刻度, 使用时再以蒸馏水稀释10倍)。

756型紫外可见分光光度计 上海分析仪器厂

1.2 实验条件选择

取0.05mg/ml 苯甲酸标准溶液3ml 于125ml 分液漏斗中, 加入20ml 饱和氯化钠溶液, 再加入一定量的1:1HCl 和25ml 乙醚, 充分振荡后静置。弃去无机相, 以试剂空白为试样参比, 在 λ_{\max} 处测定吸光度。

1.2.1 λ_{\max} 的选择

操作如前所述, 以不同波长测定吸光度, 实验表明 λ_{\max} 为223nm。

1.2.2 饱和氯化钠溶液加入量的影响

取数份标准溶液只改变氯化钠饱和溶液的用量 (不足20ml 者以蒸馏水补至20ml)。结果如图1所示。从图中可以看出15.0ml 以上时吸光度最大且趋于稳定值, 实验中加入20.0ml 饱和氯化钠溶液。

1.2.3 1:1HCl 加入量的影响

改变1:1HCl 加入量测定其吸光度如图2所示。随

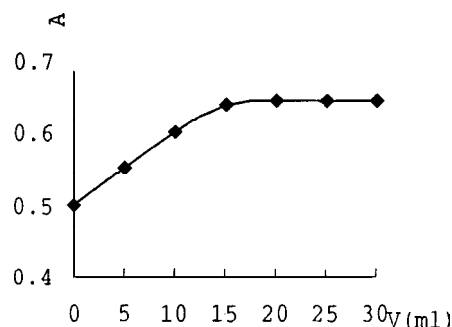


图1 饱和NaCl溶液加入量的影响

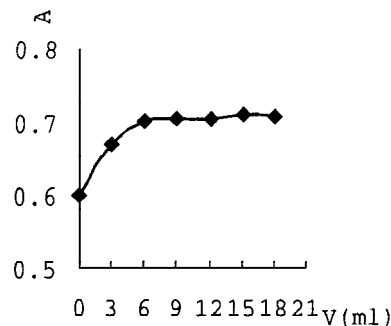


图2 1:1HCl加入量的影响

HCl 用量的加大, 吸光度上升, 大于6.0ml 以上时基本处于稳定状态。实验中为了操作方便, 加入10.0ml。

1.2.4 振荡时间和萃取温度的影响如图3、图4所示。

图3结果表明: 吸光度在振荡时间4min之后出现最强的稳定值。实验中振荡时间控制在4~6min。萃取温度表明温度越低, 吸光度越大。在接近室温时吸光度趋于稳定值, 为了测定过程中操作方便, 实验在室温下进行。

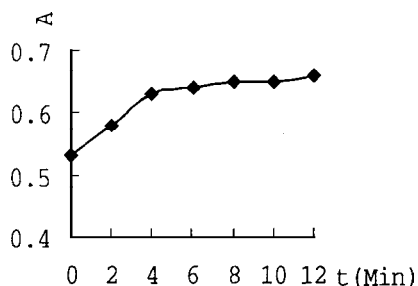


图3 振荡时间的影响

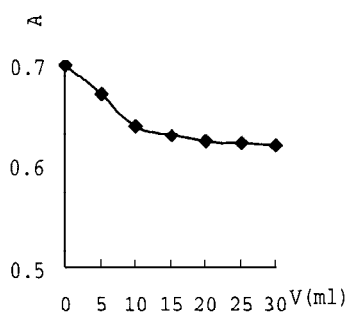


图4 萃取温度的影响

2 结果与讨论

2.1 工作曲线的绘制

分别取0.05mg/ml苯甲酸标准溶液0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.5ml于125ml分液漏斗中, 加入20ml饱和氯化钠溶液, 10ml 1:1HCl和25ml乙醚。充分振荡5min, 静置分层后弃去无机相, 以试剂空白为参比, 在223nm处测定其吸光度, 绘制A~C曲线。

2.2 样品测定

2.2.1 山渣汁中苯甲酸的测定

准确称取样品10.0-15.0克于250ml容量瓶中, 以水稀释至刻度。取上述溶液3ml于125ml分液漏斗中, 操作同前。由所测得的A值从工作曲线上查得C值再由下面公式计算结果:

$$X = \frac{c \times 10^{-3} \times 25 \times 250}{V \times G} \times 10^6 (\text{ppm})$$

其中C为标准曲线中的查得值(mg/ml)、V为样品体积ml, G为样品重量(g)。在本实验中G=12.5g, V=3ml, 五次测定查得C的平均值为5.45, 计算结果X=908.33(ppm)。

2.2.2 酱油中苯甲酸的测定

因酱油中含有一定量的酯类物质需要进行氧化处理。称取10.0-15.0g样品于250ml烧杯中, 加入25ml

的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (0.4mol/L)溶液、7ml的硫酸(8mol/L)。在水浴上加热30min、冷却, 转移至250ml容量瓶中以水稀释至刻度, 以下操作同前。

在本实验中G=28.0g, V=3ml, 三次测定查得C的平均值为3.84, 计算结果X=285.71(ppm)。(平均回收率为97.0%)。

可见, 本方法是比较准确、简便的。

2.3 提高萃取率的手段

在水溶液中先加入一定量电解质(如NaCl), 利用“盐析作用”降低有机物和萃取剂在水中的溶解度, 可提高萃取率。其次, 由公式

可见萃取级数n愈高, n次萃取后水中的剩余量

$$W_n = W_0 \left(\frac{kv}{kv+s} \right)^n$$

W_n 就愈低。即级次愈高, 萃取效果愈好。但在一般情况下, 若不是进行绝对量测定, 而是测相对值。可用本方法采取一级萃取。分配系数K与萃取温度有关。一般在恒温下进行。若影响不大时, 可采用室温下进行测定。使操作更有实用性。

2.4 对于分析仪器来说, T=36.8%, A=0.43时, 吸光度测量具有最小的相对误差。通常T=10-80%, A=1.0-0.1。本实验工作曲线在此范围内, r=0.9998。若取前例中A=0.429、 $c=5 \times 10^{-3}\text{mg/ml}$, 则由A=□bc求得□为10467.6即 $=1.0 \times 10^4 (\text{l/mol} \cdot \text{cm})$

3 结论

(1) 经样品处理检验, 该方法最小检出限为0.0012mg/ml, 回收率达97%, 测定全过程在1h左右即可完成, 本方法较简便、准确、快速。

(2) 样品中若有酯类物质干扰时, 可用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ - H_2SO_4 氧化法消除。

参考文献

- 1 Food Analysis Laboratory Experiments, Clifton E Meloan, Yeshajahu Pomeranz, 1973
- 2 陈耀祖, 有机微量定量分析, 科学出版社, 1982。
- 3 武汉大学主编, 分析化学, 第三版。北京: 高等教育出版社, 1995
- 4 华中师范大学等校合编, 分析化学(第二版), 高等教育出版社, 1986。