

抗坏血酸含量分析方法中活性炭 氧化条件的探讨

姚谷士 李玉玖 卢杰华

植物性食品中不仅含有还原型抗坏血酸，也以氧化型存在，其对机体的重要性并不亚于还原型抗坏血酸。因此，为了了解各种食品抗坏血酸的营养价值，应当测定总抗坏血酸的含量。

测定总抗坏血酸（包括还原型、氧化型）时，目前应用最广泛的分析方法是2、4二硝基苯肼比色法。本法的原理是：将样品中的还原型抗坏血酸通过活性炭氧化成脱氢型抗坏血酸，使之与2、4二硝基苯肼作用，生成桔红色的脎。脎的含量与总抗坏血酸含量成正比。将脎溶于硫酸后进行比色，由标准曲线计算样品中总抗坏血酸的含量。

总抗坏血酸含量分析过程中，关键就是将抗坏血酸氧化使之变成脱氢型抗坏血酸。文献上介绍有用碘、溴水或2，6二氯酚醌等为氧化剂氧化抗坏血酸，但其专一性并不高。中国医学科学院编著的《食物营养成分测定法》中推荐了利用活性炭氧化抗坏血酸的分析方法。

为了提高活性炭氧化效果和降低活性炭对总抗坏血酸的吸附作用，以及制作比较稳定的标准曲线和提高方法的灵敏度，本实验采用正交试验法中 $L_9(3^3)$ 表，探讨了实验的最佳条件。

实验设计：本实验的三个因素为：活性炭的重量、活性炭氧化时的温度和对活性炭的处理方法。活性炭的重量分为：0.1、0.15和0.2克三个水平，活性炭氧化时的温度分为：11°C

（实验时的室温）、25°C和37°C三个水平；对活性炭的处理方法分为：在干燥器中存放的、110°C下烘干冷却的、干燥活性炭通氧10分钟

的三个水平。

以呈色溶液的光密度值为评分标准。

实验方法：

瓶 号	A	B	C	评 分
1	1	1	1	
2	1	2	2	
3	1	3	3	
4	2	1	2	
5	2	2	3	
6	2	3	1	
7	3	1	3	
8	3	2	1	
9	3	3	2	

操作步骤：

（1）分别吸取抗坏血酸标准溶液25毫升（1毫克/毫升）于编号1—9的九只锥形瓶中，将2、5、8三只瓶和3、6、9三只瓶分别置于25°C、37°C恒温水浴中10分钟，然后按编号称取不同分量和不同处理方法的活性炭，投入九只锥形瓶中，振摇2分钟，过滤。

（2）分别吸取滤液2ml于九只50ml容量瓶中，加1%草酸稀释至刻度。

（3）再分别吸取稀释液10ml于九只50ml容量瓶中，加1%硫脲（用1%草酸配制）至刻度。（瓶中抗坏血酸浓度为8微克/1毫升）。

（4）成脎：取九支试管，分别吸取上液4ml，各加2%2，4二硝基苯肼1ml。另取一管，加入1%草酸，做为空白。将所有试管放入37°C恒温水浴中保温3小时，取出。除空白管外，其余九只试管放入冰水中。空白管冷至室温后，加入2，4二硝基苯肼1ml，于室温下

活性炭氧化条件

因 素 水 平	活性炭重量	氧化温度	活性炭处理方法
	A(g)	B(°C)	C
1	0.1	11	干 燥
2	0.15	25	烘 干
3	0.2	37	通 氧

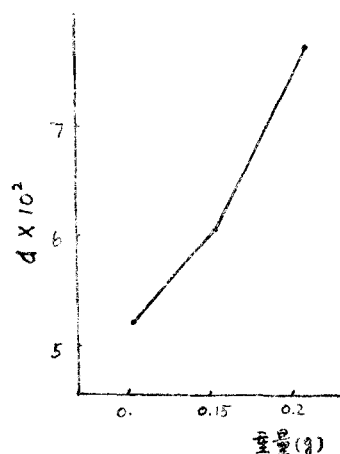


图 1 不同重量下光密度变化

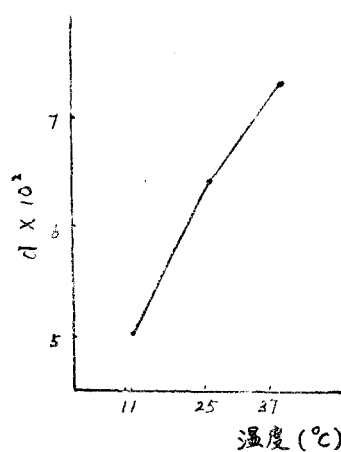


图 2 不同温度下光密度变化

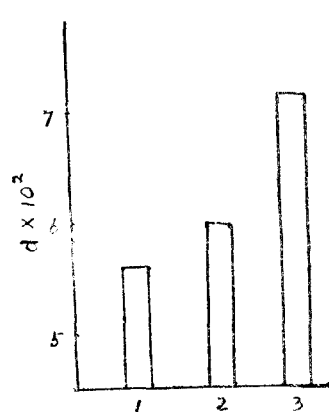


图 3 不同处理方法的光密度变化
1—干燥; 2—烘干; 3—通氧

放置10~15分钟后亦放入冰水中。

(5) 脲的溶解: 于每一试管中加入85%硫酸5毫升,加硫酸时试管应浸入冰水中,一滴滴加入,并常加摇动。加完后从冰水中取出,充分混匀,室温下放置半小时后,于490毫微米波长下比色,以空白管调零,读取光密度 d 值。

实验结果:

瓶 号	A	B	C	d 值 $\times 10^2$
1	1	1	1	3.2
2	1	2	2	4.8
3	1	3	3	7.5
4	2	1	2	4.7
5	2	2	3	7.2
6	2	3	1	6.1
7	3	1	3	7.2
8	3	2	1	7.4
9	3	3	2	8.4

从上图,活性炭重量的影响最大,其次为温度和处理方法。

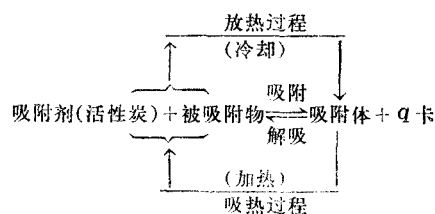
实验结果表明:用粉状活性炭经盐酸去杂质、干燥,使用前再烘干,然后称量0.2克加入37°C的实验溶液中,振摇2分钟,过滤,所得滤液与2,4二硝基苯肼作用,呈色的溶液光密度值最高。

讨论:

(1) 固体内部分子所受的引力是对称的,而表面分子所受的力是不对称的,这就是说,固体表面有过剩能量存在,即表面自由

能,这种不饱和力就是固体对液体或气体吸附的原因。活性炭有巨大的多孔性,一克的活性炭内所有细孔的总表面积为300到1000平方米大的面积,因此,活性炭有较强的吸附作用。活性炭能充分吸附空气中的氧以氧化抗坏血酸。换言之,活性炭的氧化作用基于其表面吸附的氧进行界面反应。显然,选择粉状活性炭较好,使用前宜加温干燥。

(2) 活性炭利用其表面吸附的氧进行氧化作用,在溶液中活性炭又有吸附其他物质(包括抗坏血酸)的作用。



升高温度,吸热过程加强,平衡向左移动,即向解吸作用增强的方向移动,因此,加温能促使被吸附的抗坏血酸等物质脱离活性炭表面,从而能定量地与2,4二硝基苯肼成脲,以获得较准确的分析结果。

参 考 文 献

- [1] 中国医学科学院劳动卫生劳动保护及职业病研究所营养学系编著《食物营养成分测定法》 人民卫生出版社,1961年4月
- [2] 上海第一医学院卫生统计教研组:《医学统计方法》,上海科学技术出版社 1979年