

5-Br-DMPAP 分光光度法测定食品中微量锌

周心怡 杨贤梅 尚昌芳 张 蕾 时炳芳

(无锡轻工大学食品学院, 无锡 214036)

摘要 研究了以 5-Br-DMPAP 分光光度法测定食品中微量锌, 对实验条件和共存离子的干扰及掩蔽进行了探讨。在 OP 存在下, Zn(II) 和 5-Br-DMPAP 在 pH8.0 ~10.0 氨性缓冲液中形成有色络合物; $\lambda_{\max} = 555\text{nm}$, $\epsilon = 8.81 \times 10^4 \text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$, Zn 在 0 ~560 $\mu\text{g/L}$ 范围内符合比耳定律, 变异系数和回收率分别在 1.6% ~4.6% 和 91.1% ~105% 之间。

关键词 5-Br-DMPAP; 分光光度法; 锌

中图分类号 TS201.2

0 前 言

锌是人体必需的一种营养素, 参与蛋白质和 DNA 的合成和代谢, 也是多种酶的组成成分。但锌摄入量过大会引起锌中毒, 我国已颁布食品中锌的限量卫生标准^[1]。食品中测定锌的国家标准方法为原子吸收分光光度法和双硫脲分光光度法^[2], 前者仪器昂贵; 后者选择性差, 又使用了有毒溶剂 CCl_4 , 影响人体健康。应用 5-Br-DMPAP 作为光度显色剂测定食品中 Cd 和 Cr 已有报道^[3, 4], 我们用来测定食品中的微量锌。

1 实 验

1.1 仪器和试剂

1.1.1 仪器 722型分光光度计; PHS-3C 型酸度计。

1.1.2 Zn 标准溶液的制备 Zn(99.999%) 葫芦岛锌厂产品

精确称取金属 Zn 0.1000g, 用稀 HCl 加热溶解, 冷却后, 转入 100 ml 容量瓶中定容, 成 1.0g/L 贮备液; 每日新配制成 10mg/L 的工作液。

1.1.3 其它试剂 5-Br-DMPAP 的 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液(0.1%) 天津化学试剂研究所产品;

$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ - NH_4Cl 缓冲液 pH9.0, 0.1mol/L; 20% 酒石酸钾钠溶液;

20% OP(聚乙二醇辛基苯基醚)溶液; 5% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液。

1.2 试验方法

于 25ml 比色管中, 加入一定量 10 μg Zn 标准溶液, 用稀氨水调节至溶液呈中性, 依次加

入2ml 20%酒石酸钾钠溶液, 2ml 5% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液, 3ml pH9.0 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲液, 2ml 20% OP溶液, 0.4ml 0.1% 5-Br-DMPAP的 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液, 每加一次试剂后均需摇匀, 用水稀至刻度, 摇匀。于555nm处, 以试剂空白作参比, 测定吸光度。

1.3 条件试验

按试验方法绘制试剂和有色络合物的吸收光谱, 最大吸收分别为440nm和555nm, 在有色络合物吸收峰处, 对比度为115nm, 吸收曲线见图1。

1.3.1 OP用量的影响 按试验方法, 改变OP的不同用量, 测定其吸光度, 见图2。选用2ml。

1.3.2 显色剂用量的影响 按试验方法, 改变的0.1% 5-Br-DMPAP的 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液的不同用量, 测其吸光度, 见图3。选用0.4ml。

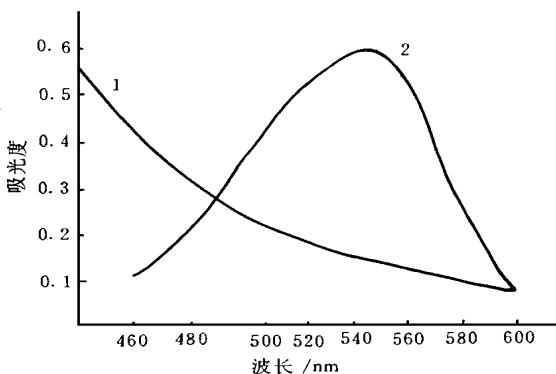


图1 吸收曲线

1 5-Br-DMPAP- $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (对水)

2 $\text{Zn}(\text{II})$ -5-Br-DMPAP- $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (对试剂)

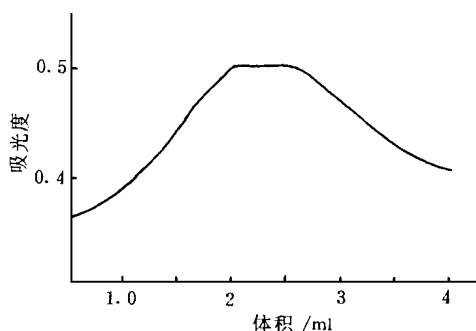


图2 OP用量的影响

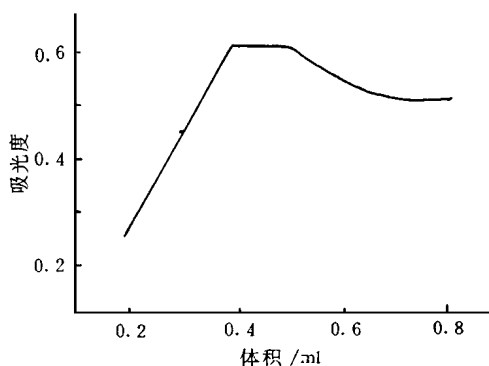


图3 显色剂用量的影响

1.3.3 酸度的影响 按试验方法, 用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 配制成 pH7.0~11.0的缓冲液 (0.1mol/L), 在不同 pH 条件下, 测其吸光度, 见图4。选用 pH9.0为最佳 pH 值。

1.3.4 缓冲液用量的影响 按试验方法, 改变 pH9.0缓冲液不同用量, 测其吸光度, 见图5。选用2ml。

1.3.5 反应温度的影响 按照试验方法, 选择反应温度, 见图6。温度升高吸光度反而降低, 故在室温条件15~25℃下进行测定。

1.3.6 络合物稳定性试验 按照试验方法, 将有色络合物放置不同时间后进行吸光度测定, 见图7。在2h内颜色稳定。

1.3.7 共存离子的影响 固定 Zn 加入量10 μg , 按实验方法, 对食品中常见的多种离子进行干扰试验, 下列离子最大允许量(μg): Ca^{2+} (1000); Mg^{2+} (1000); Al^{3+} (500); Mn^{2+} (500); Pb^{2+} (500); Fe^{3+} (20); Cd^{2+} (10)。说明 Fe^{3+} , Cd^{2+} 的干扰较大。

加入2ml 20%酒石酸钾钠溶液和2ml 5% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液后, 可消除 Fe^{3+} , Cd^{2+} 干扰, 掩蔽

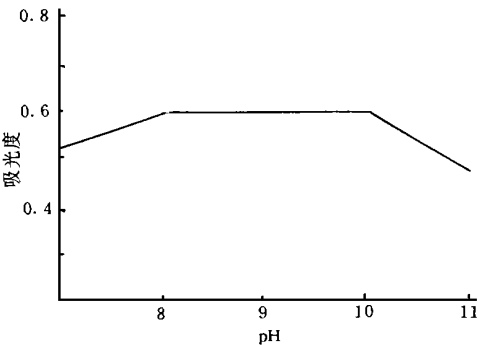


图4 酸度的影响

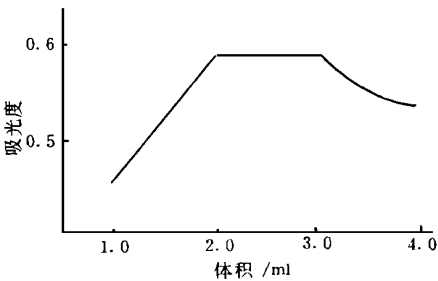


图5 缓冲液用量的影响

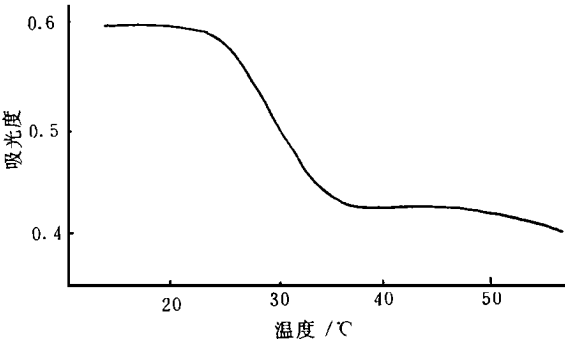


图6 反应温度的影响

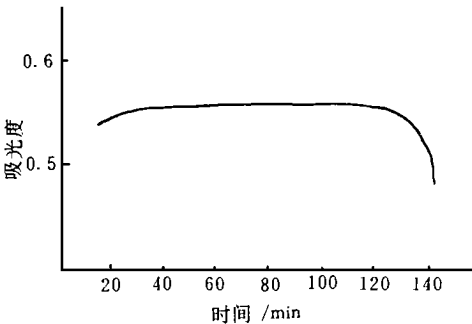


图7 反应时间的影响

量(μg) Fe^{3+} 为(1000); Cd^{2+} 为(500)。

1.3.8 工作曲线 取 Zn 标准溶液0~14 μg 于一系列25ml 比色管中, 按试验方法显色, 测其吸光度并绘制工作曲线, 结果见图8。

回归方程: $Y = -2.08 \times 10^{-3} + 0.0539x$

相关系数: $r = 0.9995$

从图8得出表观摩尔吸光系数 $\epsilon = 8.81 \times 10^4 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$, 桑德尔灵敏度 $S = 7.42 \times 10^{-4} \mu\text{g/cm}^2$, Zn 含量在0~560 $\mu\text{g/L}$ 范围内符合比耳定律。

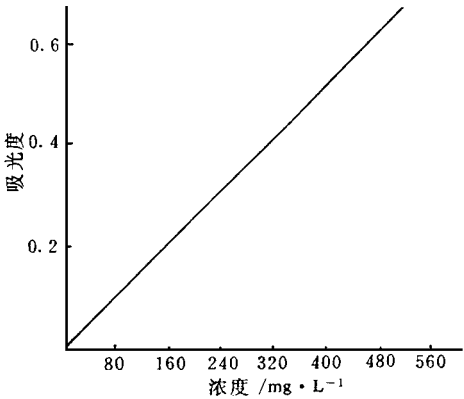


图8 工作曲线

2 样品分析

对固体, 称取一定量匀样, 经干法灰化后, 灰分用10ml 稀盐酸加热溶解, 冷却后转移, 并用水定量至25ml, 摇匀。

对湿样, 经搅碎匀浆后, 称取一定量匀样, 用 H_2SO_4 和 HNO_3 湿法消化, H_2O_2 去除多余 HNO_3 , 冷却后转移, 并用水定容至25 ml, 摇匀。

同时做一空白。

3 测定结果

测定结果及回收率见表1和表2.

表1 测定结果

样品及产地	测定次数	平均测定值 / $\mu\text{g g}^{-1}$	标准差	变异系数 (%)	样品及产地	测定次数	平均测定值 / $\mu\text{g g}^{-1}$	标准差	变异系数 (%)
味精(上海)	5	3.34	0.052	1.6	铁锌氨基酸(无锡)	5	306	13.0	4.2
奶粉(上海)	5	3.04	0.14	4.6	糖水枇杷(无锡)	5	0.43	0.015	3.5
加锌盐(市售)	5	4.20	0.12	2.9	糖水荔枝(广西)	5	0.65	0.030	4.6

表2 回收率

样 品	加标量 / μg	平均测定值 / μg	平均回收率 (%)	变异系数 (%)
味精	4.0	7.54	105.0	4.9
奶粉	4.0	6.95	97.8	6.8
加锌盐	5.0	8.90	94.0	4.3
铁锌氨基酸	350	625	91.1	7.3
糖水枇杷	0.40	0.82	97.5	3.1
糖水荔枝	0.8	1.40	93.8	2.3

说明: 样品测定次数均为5次

参 考 文 献

1 GB13106-91. 食品中锌限量卫生标准. 北京: 中国标准出版社. 1992
2 GB5009. 14-85. 食品中锌的测定方法. 北京: 中国标准出版社. 1988
3 钮为民. 5Br-DMPAP 光度法测定食品中微量镉. 见: 食品卫生理化检验文集(第二集). 北京: 北京大学出版社. 1990
4 周心怡等. 5Br-DMPAP 光度法测定食品中微量镉. 无锡轻工业学院学报, 1993, 12(3) Ⅺ87

Spectrophotometric Determination of
Trace Zinc in Foods with 5-Br-DMPAP

Zhou Xinyi Yang Xianmei Shang Changfang Zhang Lei Shi Bingfang
(School of Food science & Technology, Wuxi University of Light Industry, Wuxi, 214036)

Abstract A spectrophotometric method for the determination of trace Zinc in foods by 5-Br-DM P AP has been investigated. The experimental conditions and interference from coex-isting ions were studied. In the presence of OP in alkalescent solution of pH9. 0, Zn() and 5-Br-DMPAP formed a coloured complex with an apparent molar absorptivity of 8. 81 × 10⁴L mol⁻¹ cm⁻¹ at λmax(= 555nm). Beer's law is obeyed when Zn concentration is in the range of 0 ~ 14 μg per 25ml. The variation coefficient and recover ratio from this method are within 1. 6% ~ 4. 6% and 91. 1% ~ 105% respectively.

Subject words 5-Br-DMPAP; speetrophotometry; zinc
© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://
(责任编辑: 陈 娇)