

灵敏度因子是由实验测定的。我们选用美国Micrometer公司提供的标准样品靶。测定了S、Ce、K、Ca、V、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Br、Rb、Sr、Y、Mo、Pa、Ag、Cd、Hg、Ba等22种元素的绝对灵敏度因子和相对灵敏度因子。

三、结果与讨论

对14种果品中钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、镍、铜、锌、铷、锶等12种元素的含量进行了测定,结果如表所示。

表中锰、铁、铜、锌、铷的数据,误差小于10%。钾、钙的数据误差小于15%。

从表中数据可看出:

1. 各种果品中含微量元素不仅种类多而且含量丰富。在文献[3]中指出,“长寿老人头发中,微量元素具有高Mn,高Fe,高Ti,高Cr和低Cu的特征。因此Sr、Fe、Mn、Cr、Ca等元素在抗衰老中可能具有某种重要作用。”这些元素在果品中都有较高的含量。

2. 在各种果品中钾、钙元素的含量都很高。从表列数据可见,无论鲜果还是坚果中钾、钙元素的含量都比其他元素的含量大约要高100—1000倍。特别值得指出的是,在苹果表皮中钾、钙的含量比果肉中钾、钙的含量约高4倍多。在桔子中,桔红内钙的含量比桔肉中钙的含量约高10倍。

3. 各种果品中V、Cr、Ni、Ti元素的含量都很低,约在1ppm以下。

4. 桂圆、核桃,香蕉中锰、铁元素的含量比其他水果高。甘肃的籽瓜和红香蕉苹果中铁的含量较高。特别应注意的是,桔红中铁的含量比桔肉中铁的含量约高4倍多。

5. 桂圆、核桃和香蕉中铷的含量很高。与其他果品中铷的含量相比较约高4—10倍。尤其是桂圆高达几十倍。

由以上果品中微量元素含量的分析可见,果品中含有多种人们所需要的微量元素,尤其是钾、钙、铁元素。钾元素有益于健脑,钙元素是儿童生长发育及老人防止骨质疏松不可缺少的元素,铁元素是贫血者必需补充的元素。因此果品是人们获取多种微量元素的主要食品之一。

参考文献

- [1] 孔祥瑞:必需微量元素的营养、生理及临床意义,第1版,合肥,安徽科学技术出版社,5-34,1982。
- [2] 任炳刚等:质子x荧光分析和质子显微镜,第1版,北京,原子能出版社,68-81,1981。
- [3] 秦候法等:上海市长寿老人的头发微量元素谱特征,核技术,3:50,1987。
- [4] Andersen HH, Pioraux ST: Particle Induced X-Ray Emission and Its Analytical Applications Proc, Thir, Int, Conf, on Heidelberg, 1983 Nncl, Instar and Meth, B3, 1-3, 319-396, 1984。
- [5] Johansson AE: Particle Induced X-Ray Emission and Its Analytical Application proc Int Conf on Lund 1976 Nncl, Instar and Meth, 142, 1977: 1-3, 133-209。

茶叶和啤酒中鞣酸的分光光度分析

吉林化工学校 张振宇

鞣酸(单宁)具有涩味,茶叶和啤酒中的鞣酸含量直接影响饮用的口感。测定鞣酸常用高锰酸钾滴定法[1]和钨酸钠-磷钼酸比色法

[2]。前者终点误差较大;后者消耗试剂多,灵敏度不够高。本文以铁(III)和 1.10^{-2} 邻二氮菲作试剂,探讨一种测定茶叶和啤酒中鞣酸

的新的分光光度法。

1.10-邻二氮菲是测定铁(II)的灵敏显色剂^[3]。基于鞣酸的还原性质,可将铁(III)定量还原为铁(II),再用1.10-邻二氮菲显色测定。为了排除茶叶和啤酒试样中其它还原性物质的影响,利用明胶和高岭土两次沉淀试样溶液中的鞣酸^[4],以这样制得的无鞣酸溶液进行背景校正。我们对这种方法进行了条件试验,实测了一些茶叶和啤酒样品中的鞣酸含量,并与钨酸钠-磷钼酸比色法对照,取得了满意的结果。

实验部分

一、仪器

72型或722型分光光度计,恒温水浴。

二、试剂

实验所用试剂皆为分析纯试剂。配制试剂和实验用水为蒸馏水或去离子水。

1. 鞣酸标准溶液, $10\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 。将100mg鞣酸溶于1000ml水中,取其等分溶液再稀释10倍。

2. 邻二氮菲溶液, $0.015\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。取1.485g 1.10-邻二氮菲溶于500ml水中。

3. 铁(III)溶液, $0.01\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。取2.41g硫酸铁铵 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶于水,加入0.5ml浓硫酸,用水稀释至500ml。

4. EDTA溶液, $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。取9.25g EDTA(二钠盐)溶于500ml水中。

5. 醋酸盐缓冲液, pH4.4。取15g HAC和20g NaAC溶于250ml水中。

6. 明胶溶液, 0.3%, m/v。将3g明胶在饱和NaCl溶液中浸泡1h,温热溶解。冷却后用饱和NaCl溶液稀至1000ml。

7. 酸性NaCl溶液。将25ml浓硫酸加入到375ml饱和氯化钠溶液中。

三、测定步骤

1. 标准曲线的测绘

在一组25ml容量瓶中,分别移取鞣酸标准溶液0.0, 0.5, 1.25, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0ml, (相当于最终浓度为0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0,

3.0, $4.0\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$)。各加入2.5ml铁(III)溶液。将容量瓶置于80°C水浴上加热20min;冷却至室温,分别加入混合试剂(2.5ml醋酸盐缓冲溶液, 5.0ml邻二氮菲溶液和0.5ml EDTA溶液),用水稀至瓶标线。10min后,用721型分光光度计1cm吸收池,在505nm相对于试剂空白测定各溶液的吸光度。绘制吸光度(A)对鞣酸浓度(C)的标准曲线,见图1(a)其线性范围为0~ $4.5\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 。

2. 试样溶液的制备

取0.200~0.300g茶叶样品,用80ml水煮沸0.5h,冷却过滤,将滤液稀释至100ml。

啤酒样品可用两支烧杯反复折倒50次,以脱除其中的气体。

3. 试样和空白测定

取试样溶液0.2~0.4ml于25ml容量瓶中,如同测绘标准曲线那样加以处理,测得吸光度 A_1 。

试样空白:在100ml烧杯中加入5.0ml明胶溶液,10.0ml试样溶液,10.0ml酸性NaCl溶液,2.0g高岭土,摇动几分钟,让沉淀沉积,过滤。取10.0ml滤液于另一100ml烧杯中,加入6.0ml水,3.0ml明胶溶液,6.0ml酸性NaCl溶液,2.0g高岭土,摇动几分钟,过滤。取1.25~2.5ml滤液于25ml容量瓶中,如同测绘标准曲线那样处理,测得吸光度 A_2 。

明胶空白:用水代替10.0ml试样溶液,其它步骤与试样空白相同,测得吸光度 A_3 。

于是,试样净空白吸光度为 A_2-A_3 。试样中鞣酸的吸光度为 $A=A_1-(A_2-A_3)$ 。原始试样中鞣酸含量按下式计算:

$$\text{茶叶: 鞣酸}(\%) = \frac{c \times 25 \times 100}{m \times 10^6 \times v} \times 100\%$$

$$\text{啤酒: 鞣酸}(\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}) = \frac{c \times 25}{v}$$

式中 m——茶叶样品的质量, g

v——取试样溶液的体积, ml

c——由标准曲线上查出的鞣酸浓度, $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$

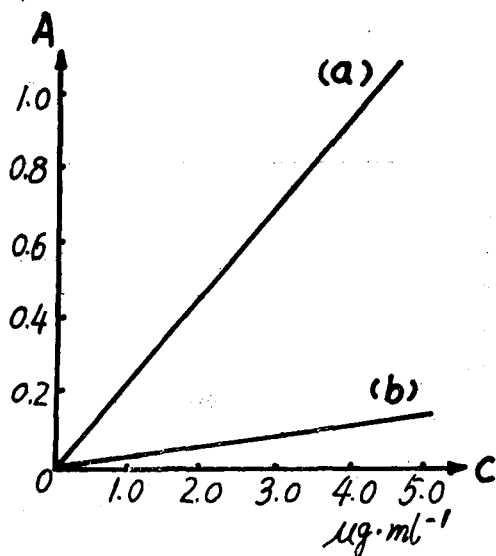


图1. 标准曲线
(a) 本文提出的方法 (b) 钨酸钠-磷钼酸法

结果和讨论

一、温度和反应时间

在一组25ml容量瓶中, 各入10.0ml鞣酸标准溶液、2.5ml铁(III)溶液, 置于不同温度的水浴中反应一定时间后, 如同测绘标准曲线那样处理。结果表明, 室温下颜色生成缓慢。随着温度的升高, 吸光度增大。在80°C反应20min可得到最大且稳定的吸光度; 温度高于95°C时溶液略有混浊, 其吸光度值重现性不好。

二、溶液pH的选择

1,10-邻二氮菲与铁(II)的显色反应可在pH2~9范围内进行^[3]。本实验由于铁(III)的存在使酸度的影响变得复杂。实验发现, 在酸度较高时吸光度随pH增高而增大; 但当pH>5时溶液变混浊。因此采用醋酸盐缓冲溶液控制pH=4.4。

三、试剂用量

取12.5ml鞣酸标准溶液, 加入2.5ml不同浓度的铁(III)溶液(0.003~0.02mol·L⁻¹), 按上述同样的步骤处理。结果表明, 在铁(III)浓度低于0.01mol·L⁻¹时, 吸光度随铁(III)浓度增大而增大; 当进一步增大铁(III)浓度

时, 吸光度稍有降低, 故选定加入0.01mol·L⁻¹铁(III)溶液2.5ml。

为提供足够的显色剂。按照全部铁(III)都被还原为铁(II)估算, 需加入1,10-邻二氮菲物质的量应为铁(III)物质的量的三倍, 即0.075mmol。

另外, 加入0.025mmol EDTA 是为了掩蔽还原反应后剩余的铁(III), 防止邻二氮菲-铁(III)配合物光致还原为邻二氮菲-铁(II)配合物。

四、共存物质的影响

为了试验茶叶和啤酒样品中可能含有的其它物质对本法测定鞣酸的影响, 规定吸光度偏离期待值5%作为允许极限。表1列出了所试验的共存物质对鞣酸的允许质量比。由此可见, 只有抗坏血酸干扰测定, 而在茶叶和啤酒样品中一般没有抗坏血酸或含量极少。

五、准确度与精密度

为验证方法的准确度, 实测了市场上出售的四种茶叶和两种啤酒样品中鞣酸含量, 并与钨酸钠-磷钼酸比色法^[2]进行对照, 测得数据列于表2。可见本方法与参考方法的分析结果具有较好的重现性。

表1. 某些共存物质对鞣酸测定的影响

共存物质	允许质量比	共存物质/鞣酸
抗坏血酸	0.4	
苯甲酸	60	
咖啡因	5.2	
蔗糖	2.2	
羧甲基纤维素钠	80	
柠檬酸	56	
乙醇	6000	
葡萄糖	600	
糖精钠	270	
山梨酸钾	200	
蔗糖	40	
酒石酸	50	

为检验方法的精密度, 对含鞣酸9.93%的茶叶试样重复测定七次, 其相对标准偏差(RSD)为2.2%。

表2.

茶叶和啤酒中鞣酸的测定结果

样品名称 (产地)	鞣酸含量 (三次测定的平均值)		相对偏差 %
	本文的方法	钨酸钠-磷钼酸法	
茉莉花茶 (福州)	10.21 %	9.95 %	+2.6
滇红茶 (云南)	9.93 %	10.30 %	-3.6
枣茶 (锦斋)	7.81 %	7.45 %	+4.8
毛尖茶 (信阳)	5.95 %	6.02 %	-1.2
吉林啤酒 (吉林)	116 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$	112 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$	+3.6
华丹啤酒 (吉林)	102 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$	105 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$	-2.9

结 论

本文研讨了一种测定茶叶和啤酒中鞣酸的简单、灵敏、准确的分光光度法。比较图1中曲线(a)(b)可见, 本方法较钨酸钠-磷钼酸比色法具有更高的灵敏度, 其标准曲线斜率分别为 $0.21\text{A} \cdot \text{ppm}^{-1}$ 和 $0.031\text{A} \cdot \text{ppm}^{-1}$ 。此外, 本方法所需试剂是大多数实验室容易得到的, 且试剂用量少, 制备简单。因此适用于例常分析, 并可应用于含有少量抗坏血酸的试样。

参 考 文 献

- [1] 刘福岭编: 食品物理与化学分析法, 轻工业出版社, 1987。
- [2] Horwitz, w.: Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical chemists, 30th Edition 1980.
- [3] 杭州大学编: 分析化学手册, 第三分册, 1982。
- [4] Bajaj, K.L. and Devsharma, A. K: Mikrochim, Acta, II, 249, 1977.

国产GTIIBI型冷破碎番茄酱生产设备 改为热破碎的探讨

新疆石河子食品厂 孙世良

目前, 国际市场上对我国生产的番茄酱的销售出现了热破碎工艺生产的番茄酱比冷破碎工艺生产的番茄酱好销的趋势。内地及新疆地区共有几十条上海前卫机械厂制造的GTIIBI型冷破碎生产番茄酱的设备。有些厂家在冷破碎生产的番茄酱不好销的情况下, 对如何利用上海前卫机械厂日产12吨番茄酱设备改造成能生产热破碎番茄酱非常关切。

我国上海前卫机械厂制造的GTIIBI型日产12吨番茄酱设备采用的是冷破碎系统。如果将该设备的破碎系统改造成熟破碎系统生产番

茄酱, 也不是一件简单的事。应该重新设计, 重新制造。要在现在的基础上进行设备的改造比较困难, 因为如将现在的破碎设备改造成热破碎系统后, 制得的番茄酱粘稠度大, 设备原有的循环泵是否相匹配, 相适应; 对二效的自然循环有没有什么大的影响等等, 这涉及一些计算问题, 并需经过实验后才能下结论。不过, 本人认为能否找一个简单的改进方案试试看, 在实验中可根据出现的问题再进行改进。争取得到好的效果。

首先, 看一下上海前卫机械厂GTIIBI型