

分光光度法测定植酸含量

郝红英¹, 周芳¹, 周彩荣², 叶文见³

(1. 黄河科技学院, 河南郑州 450063; 2. 郑州大学, 河南郑州 450001; 3. 郑州开普工程技术有限公司, 河南郑州 450001)

摘要 [目的] 为了寻找适合于标准植酸的测定及微量测定的方法。[方法] 采用可见分光光度法, 测定植酸的含量。[结果] 在标准曲线下, 植酸浓度在 0~32 μg/ml 范围内与吸光度呈良好线性关系, 方程为: $Y = -2.2842X + 0.3841$ ($R = 0.9973$), 平均回收率为 97.35%, RSD 为 4.82% ($n = 4$)。[结论] 该方法操作简便、快速、准确, 可作为植酸的定量分析方法。

关键词 植酸; 含量; 可见分光光度法

中图分类号 S121 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)07-01907-01

Determination on Phytic acid by Spectrophotometry

HAO Hong-ying et al (Huanghe Science and Technology College, Zhengzhou, Henan 450063)

Abstract [Objective] The research aimed to find the method suited to the measurement of standard phytic acid and microdetermination. [Method] A method for determination of phytic acid by spectrophotometry was studied. [Result] The regression equation within the range of the standard sample concentration in 0-32 μg/ml was $Y = -2.2842X + 0.3841$ with a good linearity ($R = 0.9973$). The average recovery rate was 97.35% and RSD was 4.82% ($n = 4$). [Conclusion] The method was simple, rapid, accurate and suitable for the quality evaluation of phytic acid.

Key words Phytic acid; Content; Spectrophotometry

植酸是一种重要的有机磷系添加剂, 具有独特的生理功能和化学性质, 在食品、医药、金属防腐、日化工业及塑料加工等方面具有广泛的应用^[1]。植酸的测定方法主要有硝酸钼滴定法、测磷分光光度法、高压液相色谱法、测铁分光光度法^[2-5]。其中, 硝酸钼滴定法操作简单快速, 但结果偏高; 测磷分光光度法测定准确度高, 精密度好, 但硝化较麻烦; 高压液相色谱法测定结果准确, 但仪器昂贵; 测铁分光光度法采用植酸为标准, 测定准确度与测磷法相近, 但它无需硝化, 操作简便, 适合于有标准植酸的测定及微量测定。该研究采用三氯化铁比色法测定植酸含量。

1 材料与方 法

以磺基水杨酸为显色剂, 在 505 nm 波长下, pH 为 2~3 左右的酸性介质中, 磺基水杨酸与 Fe^{3+} 形成紫红色络合物, 可满足铁含量测定的要求。在酸性介质中植酸能与三价铁盐专一定量沉淀, 沉淀形式为 $[(C_6H_6)(OH)H_3(PO_4)_5]_3Fe_7$, 而不受其他酸溶性磷的影响。滤去沉淀物, 用紫外分光光度计测定剩下铁的浓度, 即可测得与非丁结合的铁浓度^[6-7]。

取植酸提取液 2 ml, 加入浓度 15% TCA 2 ml, 在 10 ml 硬质玻璃试管中混匀, 于 4 °C 冰箱中静置 2 h 后, 4 000 r/min 离心 30 min; 吸取上清 2 ml, 用 0.75 mol/L NaOH 调节 pH 为 6.0~6.5, 加蒸馏水至 30 ml, 混匀。取 3 ml 稀释液, 加 1 ml 浓度 0.3% 磺基水杨酸、浓度 0.03% $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 试剂, 混匀后于 505 nm 处比色。

$$\text{植酸含量} = 100 \times \frac{0.3841 - \text{吸光度}}{2.2842}$$

2 结果与分析

2.1 入射光波长的选择

入射光的波长应根据吸收光谱曲

线, 以选择溶液具有最大吸收时的波长为宜。取 7 号液, 以 1 号空白液为参比溶液, 扫描出最大吸收波长为 505 nm。

2.2 显色时间的选择 准确吸取一定量的试样, 每次只改变一个时间因素, 测定吸光度(A), 选出适宜的显色时间。由图 1 可知, 显色时间以 15~20 min 为宜。

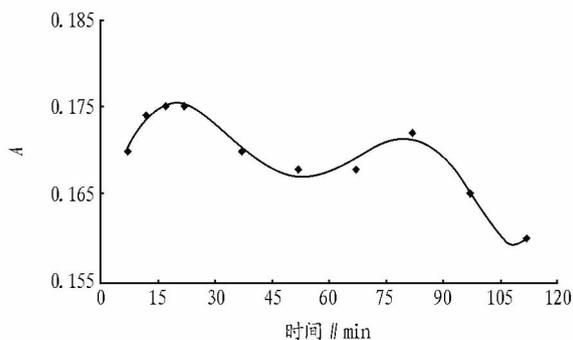


图 1 吸光度与显色时间的关系

2.3 酸度的影响 酸度对测定结果有较大的影响。随着 pH 的变化, 磺基水杨酸与 Fe^{3+} 的显色反应呈现不同的颜色。在 pH 为 2~3 时, 生成紫红色络合物; 在 pH 为 4~7 时, 生成棕橙色络合物; 在 pH 为 8~10 时, 生成黄色络合物。所以, 在显色反应时, 应严格控制 pH。该试验选用的 pH 为 2~3。

2.4 工作曲线 分别取 0.1 g/L 植酸标准液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.4 ml 于 10 ml 玻璃试管中, 分别加蒸馏水 3.0、2.8、2.6、2.4、2.2、2.0、1.6 ml, 分别加 1 ml 浓度 0.03% $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 、浓度 0.3% 磺基水杨酸试剂, 摇匀, 待测。在 505 nm 处, 以 1 号为参比溶液, 测定所配制的 2~9 号溶液的吸光度, 并作出工作曲线(图 2)。按照确定的试验条件, 加入标准植酸, 测定回收率。由表 1 可知, 4 个样品的添加量的回收率范围为 93.3%~104.0%, 总平均为 97.35%, 表明采用三氯化铁比色法测定标准植酸的含量时回收率较好, 结果稳定。

作者简介 郝红英(1979-), 女, 河南商丘人, 讲师, 从事制药工程与天然产物提取方面的研究。

收稿日期 2014-02-12

(下转第 1975 页)

量、年总蒸发量关系密切,与日照时数和年平均气温关系则不明显。其中,与降水量关系最大,这是由于该地区降水量总量较小,降水后渗入不深,主要聚集在 0~20 cm 土层。

2.2.2 0~50 cm 土壤水分与气候条件关系。随着土壤加厚,土壤水分含量变化与气候条件的关系发生了变化,在此以土壤水分含量与上述 4 个因子进行了相关分析,建立 0~50 cm 土壤水分与气候因子的关系模式为: $Y_2 = 317.45 + 0.041X_1 - 0.072X_2 - 7.3X_4$ ($R = 0.89, n = 19$),可见,该层土壤水分与降水量、蒸发量、平均气温有关,但降水量的影响已有所减小,而气温的影响正逐步增大。一方面,说明土层增厚,对降水的影响有较大的缓冲作用,对 0~20 cm 表层影响较大,对 30~50 cm 土层影响减小;另一方面,气温高,导致土壤温度增高,中层土壤水分随着毛细管上升运动和扩散,造成水分散失,含水量减少。日照时数的作用在于延长和增加辐照度,引起土壤温度的升高,表明日照时间多、气温高、蒸发强烈,土壤水分减少。

从图 5 可以看出,温度、蒸发、日照时数年际间变化较为平稳,变化相对较小,而降水量年际间变化较大,土壤含水量变化趋势虽然较为接近降水量的年际变化,但其变化也较为平稳,主要是降水储存于土壤中,对于降水有滞后性,降低了土壤水分含量的变化幅度。

3 结论

(1)影响土壤水分变化的主要因子是降水、蒸发、气温和日照时数。其中降水和蒸发的影响是直接的,气温和日照时数的影响是间接的。对于土壤不同层次,气候因子所起的作用不同。但对土壤水分含量起主要作用的还是降水和蒸发 2

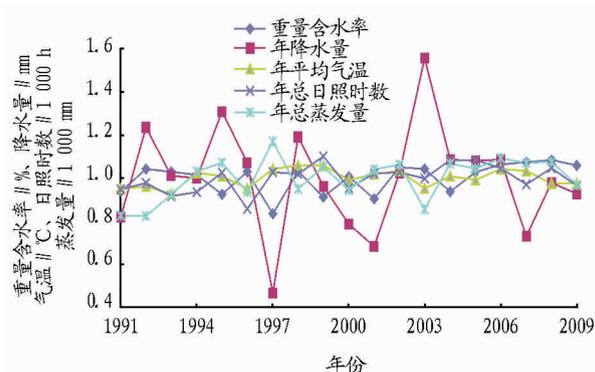


图 5 不同年份土壤含水量与气象要素变化

个因子。

(2)土壤水分变化较平稳时段在春季,一般年份即使降水较少,土壤含水量变化也相对较小,有利于小麦返青生长。

(3)夏秋季(6~9月)降水的增加,特别是降水明显的增加,对土壤水分变化能产生直接影响,但由于气温增高,蒸发强烈,水分散失明显增多,形成年土壤水分变化幅度增大趋势,有明显降水,土壤含水量就会上升,有连续降水,就能保持,否则,就会持续下降,直至下降到接近凋萎湿度。

参考文献

- [1] 龚绍先. 粮食作物与气象[M]. 北京:北京农业大学出版社,1988.
- [2] 中国农业科学院. 小麦栽培理论与技术[M]. 北京:农业出版社,1978.
- [3] 王馥棠. 气候变化对我国农业影响的研究[M]. 北京:气象出版社,1996.
- [4] 张建军,张岩,张波. 晋西黄土区水土保持林地的土壤水分[J]. 林业科学,2009(11):25-27.
- [5] 徐庆华,刘勇,马履一,等. 东北农田黑土蒸发量与土壤水分及气象因子的关系[J]. 东北林业大学学报,2009(11):82-83.
- [6] 马宗泰. 三江源背部天然草地土壤水分动态变化规律[J]. 安徽农业科学,2009,37(8):3619-3620.

(上接第 1907 页)

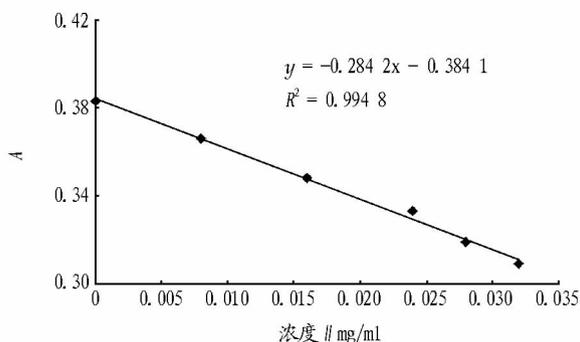


图 2 植酸标准曲线

表 1 植酸回收率

样品中测定量// μg	重加量 μg	重加后测得的量// μg	回收量 μg	回收率 %
19.3	2.5	21.9	2.6	104.0
17.8	1.5	19.2	1.4	93.3
26.9	3.5	30.3	3.4	97.1
15.0	2.0	16.9	1.9	95.0

3 结论

采用三氯化铁比色法,测定植酸含量。该分析方法准确、简便和快速。该试验标准曲线相关系数(R)为 0.997 3,测定相对标准偏差为 4.82%,平均回收率 97.35%。

参考文献

- [1] 钟正升,王运吉,张苓花. 天然食品添加剂——植酸多功能性介绍[J]. 中国食品添加剂,2003(2):74-77.
- [2] 刘坤,高华,张东峰,等. 不同植酸测定方法的对比分析[J]. 青岛医学院学报,1997,33(3):191-192.
- [3] MARCH J G, GRASES F, SALVADOR A. Hydrolysis of phytic acid by microwave treatment: application to phytic acid analysis in pharmaceutical preparations[J]. Microchemical Journal, 1998, 59(3):413-416.
- [4] LEHRFELD J. High performance liquid chromatography analysis of phytic acid on pH-stable, macroporacs polymer column[J]. Cereal Chemistry, 1989,66(6):510.
- [5] 姜勋,韩锡波,李伟红,等. UV 法定量测定植酸中游离磷的含量[J]. 中国食品添加剂,2003(1):83-89.
- [6] 傅启高,李慧荃. 三氯化铁比色法测定植酸含量的研究[J]. 营养学报,1997,19(2):216-219.
- [7] 葛祖光,陈建新,李元玉. 米糠中菲丁含磷量的测定[J]. 化学世界,1988,29(11):503-505.