

# 紫外 – 可见分光光度计测定味精中硫化钠的含量

UV-016

**摘要:** 采用分光光度法测定味精中硫化钠的含量。结果表明, 加标回收率为 90%~104%, RSD 相对标准偏差小于 3% (n=3), 在 0~4 mg/L 浓度范围内线性关系良好, 相关系数  $R^2=0.9987$ 。采用紫外分光光度法测定味精中硫化钠的含量, 方便、快速。

**关键词:** 分光光度法 味精 硫化钠

目前, 很多小型的味精生产厂家在生产过程中采用硫化钠作为除铁剂, 但是对使用比例并没有严格规定, 所以, 经常会造成结晶料液中残存大量的硫化钠, 造成味精中硫化钠超标。硫化钠被食用后在肠道内能分解出硫化氢, 引起硫化氢中毒。2008 年国家卫生部等 7 个部委颁布了《关于开展全国打击违法添加非食用物质和滥用食品添加剂专项整治的紧急通知》, 通知中规定: 硫化钠不可作为味精生产的助剂。当前, 国家并没有对味精中硫化钠含量检测的方法, 因此, 建立相应的方法势在必行。目前可以参考的标准主要是针对  $S^{2-}$  的检测, 如亚甲基蓝分光光度法 (GB/T16489-1996, 水质) (硫化物)、直接显色分光光度法 (GB/T17133-1997, 水质) (硫化物)、碘量法 (GB/T 5750.5-2006) (硫化物)。本方法参考以上标准, 并对测定过程做进一步的优化, 减少了处理样品所需的时间。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 UV-1800

### 1.2 试剂

硫化钠、盐酸、N,N-二乙基对苯二胺、氯化铁。  
除硫化钠优级纯之外其余试剂皆分析纯。

### 1.3 材料及处理

选取 3 个品牌的味精作为样品, 用研钵研磨至微小粒径, 混匀, 以备测试。

### 1.4 试剂的配制

盐酸溶液 (1:1): 取 25 mL 盐酸溶于纯水, 定容至 50 mL。

N,N-二乙基对苯二胺盐酸盐溶液: 0.75 g 溶于 50 mL 纯水, 加盐酸 (1:1) 溶液至 100 mL, 混匀, 保存于棕色瓶中。

氯化铁溶液: 取 10.0 g 溶于 20 mL 纯水, 定容至 20 mL。

硫化钠: 150 °C 烘 1 h, 称取 1.0 g 到 100 mL 容量瓶, 再取 1 mL 上述溶液, 用纯水稀释、定容至 100 mL 容量瓶, 配制 100 mg/L 的标准中间溶液。

显色剂: 1 mL 氯化铁溶液加 20 mL N,N-二乙基对苯二胺溶液。

### 1.5 标准曲线的绘制

取 1.4 中硫化钠标液合适体积于 50 mL 比色管, 补水至 25 mL, 然后分别加入 1 mL 显色剂, 立刻摇匀, 稀释至刻度, 配制成 0、1、2、4 mg/L 标准溶液, 放置 15 min, 于 669 nm 测定标准曲线各点的吸光度, 绘制标准曲线。

### 1.6 味精的前处理与硫化钠含量的测定

称取研磨的味精 10 g, 用纯水溶解并定容至 100 mL, 摇匀备用。吸取 1 mL 试样于 50 mL 比色管中, 补水至 25 mL, 然后分别加入 1 mL 显色剂, 立刻摇匀, 稀释至刻度。通过标准曲线求得的方程, 计算得到硫化钠的含量,  $W=C*0.05*100/10/1000$ 。

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准曲线

仪器稳定后，将标准溶液依次测定，制定工作标准曲线。

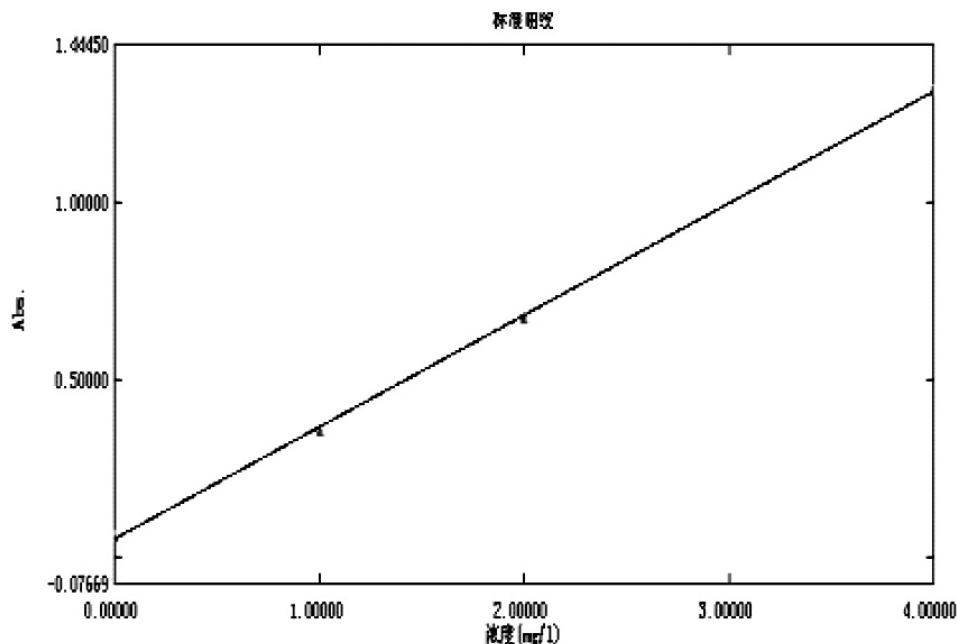


图1 硫化钠的标准曲线

在 0~4 mg/L 之间硫化钠的浓度与吸光度的线性良好，计算其回归方程为  $y = 0.3154x + 0.0501$ ， $R^2 = 0.9987$ 。

### 2.2 检出限的测定

由于样品中铅元素含量极低，未检出，因此对空白标准溶液（纯水）10次测定，以3倍SD值除以曲线斜率算得检测限为 0.08 mg/L。

### 2.3 味精中硫化钠含量的测定

按实验方法对市售三款味精进行分析，其结果见表1。

表1 样品分析结果及回收率

样品编号	样品量 (g)	吸光度 (A)	浓度 (mg/L)	硫化钠含量 (以%表示)
1	10	0.227	0.56	0.0280
2	10	0.436	1.22	0.0612
3	10	0.532	1.53	0.0764

#### 2.4 方法的加标回收率和精密度

取 1、2 号样品各 10 g，加入 0.5 mL 10000 mg/L 的硫化钠标准储备液，用纯水溶解并定容至 100 mL，摇匀备用。每个样品分别重复测试 3 次：吸取 1 mL 试样于 50 mL 比色管中，补水至 25 mL，然后分别加入 1 mL 显色剂，立刻摇匀，稀释至刻度，测量，结果见表 2。

#### ■ 结论

本文采用紫外-可见分光光度法测定味精中的硫化钠的含量，该方法具有快速、简便、检出限低、灵敏度高等优点，其准确度、精密度均能满足工业生产中的分析要求。