

食品中亚硝酸盐含量的测定

于保霞

(河南省轻工业学校,河南 郑州 450006)

[摘要] 样品经沉淀蛋白质、除去脂肪,在弱酸性溶液中亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后,再与盐酸萘乙二胺偶联生成紫红色的偶氮染料,用分光光度法测定。经过校正,亚硝酸盐含量 $x(\mu\text{g})$ 与吸光度 A 之间在 $\lambda_{\text{max}}=550\text{ nm}$ 处,具有良好的线性关系,在亚硝酸盐的量为 $0\sim 25\ \mu\text{g}/25\text{ mL}$ 水溶液中,服从朗伯-比耳定律,其线性方程为 $A = 0.013\ 2\ x$ 相关系数 $r^2=0.998\ 2$ 利用此方法所测定的当地出售的部分食品中亚硝酸盐的含量均未超过相关标准。用分光光度法测定腌制蔬菜中亚硝酸盐的含量,方法简单、方便、快捷、实用。

[关键词] 食品;亚硝酸盐测定;分光光度法

[中图分类号] O 657.31

[文献标识码] B

[文章编号] 1003-5095(2010)03-0062-02

亚硝酸盐是一种毒性很强的致癌物,它能与胺类物质生成亚硝胺而致癌,摄入会对人体造成危害,更为严重的是引起高铁血红蛋白症,导致组织缺氧,还可使血管扩张、血压降低^[1-4]。饮用含亚硝酸盐含量过高的井水和食用含有超量亚硝酸盐的肉制品或腌制蔬菜可引起中毒^[5]。

蔬菜中亚硝酸盐的测定是食品卫生检验的必测项目之一。本文基于在弱酸性介质中,亚硝酸盐与对氨基苯磺酸发生重氮化反应,生成的重氮化合物,再与盐酸萘乙二胺偶联成紫红色的偶氮染料的原理。用分光光度法在波长 550 nm 处测定试样中亚硝酸盐含量^[6]。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

722 型分光光度计,小型绞肉机等。

硼砂、亚铁氰化钾、乙酸锌、对氨基苯磺酸、盐酸萘乙二胺、盐酸、 NaNO_2 均为分析纯试剂。样品均来自郑州市思达超市。

1.2 试剂的配制

1.2.1 亚铁氰化钾溶液

称取 106.0 g 亚铁氰化钾,用水溶解,并稀释至 $1\ 000\text{ mL}$ 。

1.2.2 乙酸锌溶液

称取 220.0 g 乙酸锌,加 30 mL 冰乙酸溶于水,并稀释至 $1\ 000\text{ mL}$ 。

1.2.3 饱和硼砂溶液

[收稿日期] 2010-01-02

[作者简介] 于保霞(1968-),女,实验师,主要从事化工教育教学工作。

称取 5.0 g 硼酸钠,溶于 100 mL 热水中,冷却后备用。

1.2.4 对氨基苯磺酸溶液(4 g/L)

称取 0.4 g 对氨基苯磺酸,溶于 100 mL 20% 盐酸中,置棕色瓶中,混匀,避光保存。

1.2.5 盐酸萘乙二胺溶液(2 g/L)

称取 0.2 g 盐酸萘乙二胺,溶解于 100 mL 水中,混匀后,置棕色瓶中,避光保存。

1.2.6 亚硝酸钠标准溶液

准确称取 $0.100\ 0\text{ g}$ 于硅胶干燥器中干燥 24 h 的亚硝酸钠,加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液为每毫升相当于 $200\ \mu\text{g}$ 的亚硝酸钠。

1.2.7 亚硝酸钠标准使用液

临用前,吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 mL ,置于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液为每毫升相当于 $5.0\ \mu\text{g}$ 的亚硝酸钠。

1.4 试样的预处理^[7]

称取约 5.0 g 经绞碎混匀的试样,置于 50 mL 烧杯中,加 12.5 mL 硼酸钠饱和溶液,搅拌均匀,以 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右的水将试样洗入 250 mL 容量瓶中,于沸水浴中加热 15 min ,取出后冷至室温,然后一边转动,一边加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液,摇匀,再加入 5 mL 乙酸锌溶液,以沉淀蛋白质。加水至刻度,摇匀,放置 0.5 h ,除去上层脂肪,清液用滤纸过滤,弃去初滤液 20 mL 滤液备用。

1.5 测定

1.5.1 标准曲线的绘制

准确移取 NaNO_2 操作液 ($5\ \mu\text{g/mL}$) $0.0.5.1.0.$

2.0、3.0、4.0、5.0 mL 分别置于 25 mL 带塞比色管中,于标准管中分别加入 4.5 mL 氯化铵缓冲液,加 2.5 mL 60%醋酸后立即加入 5.0 mL 显色剂,加水至刻度,混匀,在暗处静置 25 min,用 1 cm 比色皿,以试剂为参比,于波长 550 nm 处测吸光度,绘制标准曲线。如图 1 所示。

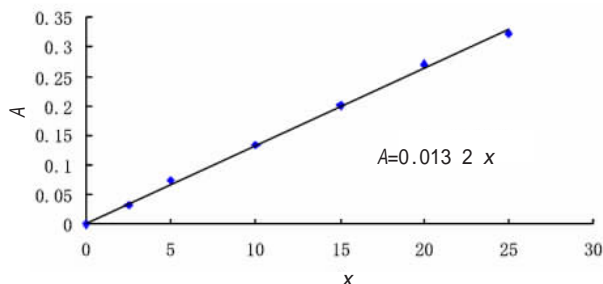


图1 亚硝酸盐含量工作曲线

线性方程: $A=0.0132x$, $r^2=0.9982$ 。

1.5.2 试样的测定

准确移取经过处理的试样滤液 10 mL 于 25 mL 带塞比色管中,分别加入 4.5 mL 氯化铵缓冲液,加 2.5 mL 60%醋酸后立即加入 5.0 mL 显色剂,加水至刻度,混匀,在暗处静置 25 min,用 1 cm 比色皿,以试剂为参比,于波长 550 nm 处测吸光度,从标准曲线上查出相应的 NaNO_2 的质量。同一样品平行测定 3 次,取其算术平均值。最后计算试样中 NaNO_2 的质量分数(以 mg/kg 表示)。

2 结果与讨论(表 1)

表 1

| 名称 | 参考标准 ^[6] /mg·kg ⁻¹ | 测定 /mg·kg ⁻¹ | 评价 |
|-----|--|-------------------------|----|
| 酱腌菜 | 20 | 12.5 | 合格 |
| 蔬菜 | 4 | 3.12 | 合格 |
| 鲜肉 | 3 | 3.0 | 合格 |
| 火腿肠 | 30 | 1.25 | 合格 |

3 结 论

实验结果表明,腌制蔬菜中的亚硝酸盐与对氨基苯磺酸在弱酸性溶液中反应生成重氮化合物,重氮化合物再与盐酸萘乙二胺偶联成紫红色的偶氮染料,在 NaNO_2 溶液的最大吸收波长 550 nm 处,以 NaNO_2 溶液的含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,其线性方程: $A=0.0132x$, $r^2=0.9982$ 。

经计算所测的几种常见腌制蔬菜中亚硝酸盐含量均符合国家部分食品中亚硝酸盐的限量卫生标准^[6]。实验结果表明,采用分光光度法测定食品中亚硝酸盐含量,不仅方法简单、方便,而且快捷、实用。

[参 考 文 献]

- [1]张致新.我国食品中亚硝酸盐含量的监测及其毒性[J].中国热带医学 2001,1(2):138.
- [2]王淑艳,吴位军.灌肠类食品中亚硝酸盐含量的分析[J].中国公共卫生管理 2000,16(2):125.
- [3]汪勤,高祖民.姜汁与维生素 C 阻断腌渍蔬菜产生亚硝酸盐的研究[J].南京农业大学学报,1991,14(4):99-103.
- [4]张庆芳,迟乃玉,郑艳,等.关于蔬菜腌渍发酵亚硝酸盐问题的探讨[J].微生物学杂志,2003,23(4):41-44.
- [5]杨性民,刘青梅,奚李峰,等.腌渍雪菜亚硝酸盐含量变化的数学模型[J].浙江大学学报(农业与生命科学版),2004,30(5):515-518.
- [6]范亚娜,盖轲.几种腌制蔬菜中亚硝酸盐含量的测定[J].宝鸡文理学院学报(自然科学版),2008,28(1):41-43.
- [7]路桂华,李贤新.食品中亚硝酸盐的格里斯试剂比色测定法的实践体会[J].职业与健康,2004,20(9):48-49.
- [8]食品卫生国家标准[S].北京:中国标准出版社,2006.

The Determination of the Nitrite Content of Several Foods

YU Bao-xia

(Light Industry School of Henan Province,Zhengzhou 450006,China)

Abstract: Nitrite react with 4-aminobenzenesulfonic acid in weak acidic media to produce 4-sulfobenzenediazonium, which reacted with *N'*-(naphthalen-1-yl)ethane-1,2-diamine hydrochloride to produce a red diazene compound. The red compound was detected by spectrophotometer. The calibration graph for aqueous procedure was obtained by plotting absorbance values at 550 nm against nitrite concentration. Beer's law was obeyed over the range 0~25 μg nitrite in an overall aqueous volume of 25 mL. The calibration graph is a straight line, obeying equation $A=0.0132x$, where A is the absorbance and $x(\mu\text{g})$ is the amount of nitrite. The nitrite content in several pickled vegetables sold in the market were determined by the method. The determining results show that the content level of nitrite in the pickled vegetables was within the range of Chinese National Food Standard. The method is accurate, rapid, simple, and that can be applied in determining the nitrite content of the foods.

Key words: foods; nitrite determination; spectrophotometer