

泡菜中亚硝酸盐测定方法研究

周文斌

(重庆工商大学环境与生物工程学院, 重庆 400067)

摘要: 通过试验发现: 在进行泡菜样品中亚硝酸盐提取时, 提取的最佳条件是在 70℃ 的水浴中提取 30~45min; 样品液中加入 2g 活性炭粉, 能有效的排除色素和抗坏血酸对亚硝酸盐测定造成的干扰; 显色剂先加入 2ml 对氨基苯磺酸溶液, 5min 后再加入 1ml N-1-萘乙二胺盐酸溶液, 使显色稳定。

关键词: 泡菜; 亚硝酸盐; 测定

Method of Nitrite Assay for Pickled Vegetables

ZHOU Wen-bin

(College of Environment and Biological Engineering, Chongqing Technology and Business University, Chongqing 400067, China)

Abstract: In pickled vegetables experiments found: that the optimum nitrite extract conditions were: 30~45min in 70℃ in water bath; with active carbon added to reduce the interference errors of assaying nitrite in the pickle; then with sulfanilic acid solution 2ml added to the sample first, to incubate for 5 min, then finally with N-(1-naphthyl)-ethylenediamine hydrochloride 1ml added to make the colored azo compound stabilized.

Key words pickled vegetable; nitrite; determination

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2006)02-0241-03

亚硝酸盐的测定方法有多种, 如紫外可见分光光度法(比色法)、催化发光光度法(福还原分光光度法)、示波极谱法、气相色谱法和高效液相色谱(HPLC)法等, 国标方法为盐酸萘乙二胺比色法^[1]。该方法灵敏、简便快速而被广泛应用。但国标法过于笼统, 对泡菜中亚硝酸盐的提取以及测定没有明确说明。本实验在测定亚硝

酸盐的国标方法的基础上, 通过实验寻找出测定泡菜中的亚硝酸盐含量的较佳方法。

1 材料与方法

1.1 试剂与设备

1.1.1 试剂

收稿日期: 2005-03-07

作者简介: 周文斌(1969-), 男, 副教授, 主要从事食品化学和食品加工技术研究。

的加标回收率在 92.1%~103.7% 之间, 相对标准偏差均小于 4%。

AccQ•Tag 方法是一种用于肽及蛋白水解氨基酸分析的柱前衍生技术。其内容主要包括: (1) 用 Waters 专利的 AQC 衍生试剂衍生氨基酸, 生成最大吸收在 250nm 左右的高稳定性脉, 生成的衍生物在室温下可稳定一周。(2) 用反相 HPLC 分离衍生产物。(3) 用荧光或紫外检测器外标法定量检测衍生产物。

参考文献:

- [1] 陈永波, 等. 对一种分离测定氨基酸方法的改进[J]. 色谱, 2001, 19(6): 560-561.
- [2] 李发美. 医用高效液相色谱技术[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1999.
- [3] 刘惠文. 柱前和柱后衍生高效液相色谱分析氨基酸方法进展与评述[J]. 氨基酸和生物资源, 1995, 17(2): 50-55.
- [4] 李明元. 高效液相色谱法在食品分析中的应用[M]. 北京: 北京大学出版社, 1988.
- [5] Adsual R.N. CRC Critical [J]. Review in Food Science and Nutrition, 1986, 25(1).
- [6] 曹维强, 王静. 绿豆综合开发及利用[J]. 粮食与油脂, 2003, 37-38.
- [7] 赵法极, 等. 大豆平衡氨基酸营养价值的研究[J]. 营养学报, 1986, 8(2): 153-159.

各种试剂参照国标配制,纯度为分析纯(A. R.),其中亚硝酸钠为优级纯(G. R.),使用的水为重蒸水。电热恒温水浴锅SSY型、751型分光光度计、电子天平(感量0.0001g)、高速组织搅拌器。

1.2 方法

1.2.1 显色剂实验方法

取2.00ml浓度为5μg/ml的亚硝酸钠标准溶液于50ml的带塞比色管中,加入2ml的对氨基苯磺酸溶液,然后间隔时间0、1、2、3、4、5、6、7、8、9、10min加入1ml N-1-萘乙二胺盐酸溶液,用水定容,摇匀,暗处静置15min,以试剂空白作对照,用2cm的比色杯在538nm处比色。

1.2.2 亚硝酸盐的提取时间和提取温度

在测定亚硝酸盐的国家标准方法中,试样中的亚硝酸盐的提取是用70℃的蒸馏水并在沸水浴中加热15min。按3.1,在样品中加入5.00ml亚硝酸钠标准使用液(5μg/ml),在不同的提取温度和不同的提取时间下,对亚硝酸盐进行提取,并测定提取温度和提取时间对亚硝酸钠回收率的影响。

1.2.3 VC对亚硝酸盐回收率的影响

用移液管分别移取2.00ml亚硝酸钠标准使用液(5μg/ml)置于两个50ml带塞比色管中,一个不加抗坏血酸溶液,一个加2ml的抗坏血酸溶液(5μg/ml)。按先加入氨基苯磺酸溶液,5min后再加入N-1-萘乙二胺盐酸溶液,显色,分别测定其吸光度,并计算出亚硝酸盐的含量,用以比较VC对亚硝酸盐回收率的影响。

1.2.4 活性炭对样品中亚硝酸盐测定的影响

用移液管分别吸取25.00ml亚硝酸钠标准使用液(5μg/ml)置于两个500ml的容量瓶,按方法3.1对泡制的茎用芥菜(青菜头)进行预处理,一个不加入活性炭,另一个加入2g活性炭。待处理完毕后,按步骤3.2对各样品的亚硝酸盐含量进行测定。

2 结果与分析

2.1 显色剂加入次序对测定结果的影响

我国国家标准测定亚硝酸盐的方法是先加入氨基苯磺酸溶液,3~5min后再加入N-1-萘乙二胺盐酸溶液;AOAC^[2]推荐的方法是先加入氨基苯磺酸溶液,5~10min后再加入N-1-萘乙二胺盐酸溶液,比较这两种方法结果见表1,AOAC的方法测定较国标方法重现性好。

表1 不同时间加入显色剂的影响
Table 1 Effect of adding ingrain agent in different time

时间(min)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
吸光值	0.094	0.102	0.11	0.118	0.124	0.125	0.126	0.126	0.126	0.126	0.126

2.2 亚硝酸盐的提取时间和提取温度

泡菜样品在不同的提取温度和加热时间下亚硝酸盐的回收率见表2。由此可知,在70℃的水浴中提取30~45min,得到较高的回收率。因此,在70℃的水浴中加热30~45min为亚硝酸盐提取的最佳条件。为了节省时间,也可选择在80℃水浴中加热20min,该法回收率达98.8%,此提取条件对亚硝酸盐的回收率符合分析方法要求。

表2 不同条件下亚硝酸盐的回收率

Table 2 Nitrite recovery rate in vegetable at different condition recovery rate

温度(℃)	回收率(%)			
	15min	30min	45min	60min
50	90.2	91.5	94.5	95.7
70	95.8	100.2	99.6	96.5
80	98.8	98.9	98.1	97.5
100	98.3	97.1	92.3	89.6

2.3 VC对亚硝酸盐回收率的影响

表3列出了VC对亚硝酸盐回收率的影响,结果表明,当亚硝酸盐的浓度为10μg/50ml时,未加VC的回收率为98%,而加入抗坏血酸的回收率仅为43%。由此说明,VC的存在对亚硝酸盐的测定产生严重干扰。

2.4 活性炭对样品中亚硝酸盐测定的影响

表3 VC对亚硝酸盐回收率的影响

Table 3 Effect of VC on nitrite recovery

	加标量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)
未加VC	10	9.8	98
加入VC	10	4.3	43

由表3可以看出,VC的存在对亚硝酸盐的测定干扰严重,必须采取一定的措施消除干扰。活性炭对植物中的色素和VC都具有较好的吸附作用^[3],因此,研究活性炭对样品亚硝酸盐的测定有其必要性。由表4可以看出,未加入活性炭的样品,亚硝酸盐测定含量为7μg/50ml,加入活性炭的样品亚硝酸盐含量为15.5μg/50ml,由此可见,在进行测定泡菜中的亚硝酸盐时,样品液中加入

表4 活性炭对亚硝酸盐回收率的影响

Table 4 Effect of active carbon on nitrite recovery

	本底值(μg)	加标量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)
未加	6.5	10	7	42
加入活性炭	6.5	10	15.5	94

活性炭可以有效地消除误差,从而提高了分析结果的准确性。

3 结 论

通过以上几组实验的研究,对测定泡菜中亚硝酸盐的样品制备、测定方法总结如下。

3.1 样品液制备

将泡菜用滤纸吸去表面水分,用四分法取样,切碎,用组织捣碎机捣碎成匀浆备用。准确称取匀浆样品10~20g(精确到0.01g),置于500ml烧杯中,加12.5ml硼砂饱和液,搅拌均匀,以70℃左右的水约300ml将试样洗入500ml容量瓶中,于80℃水浴中加热20min,取出后冷却至室温,然后一面转动,一面加入5ml亚铁氰化钾溶液,摇匀,再加入5ml乙酸锌溶锌溶液和2g活性炭粉。加水至刻度,摇匀,用滤纸过滤,弃去初滤液30ml,得样品提取液。

3.2 测定

吸取40.0ml上述滤液于50ml带塞比色管中,另吸取0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00、2.50ml亚硝酸钠标准使用液(相当于0、1、2、3、4、5、7.5、10、12.5μg亚硝酸钠),分别置于

50ml带塞比色管中。于标准管与试样管中分别加入2ml对氨基苯磺酸溶液(4g/L),混匀,静置5min后各加入1ml盐酸萘乙二胺溶液(2g/L),加水至刻度,混匀,暗处静置15min,用2cm比色杯,以零管调节零点,于波长538nm处测吸光度,绘制标准曲线比较,同时做试剂空。

3.3 结果计算

$$\text{NaNO}_2(\text{mg/kg}) = \frac{x}{m} \times \frac{40}{500}$$

式中:

x——吸光值对应于标准曲线上亚硝酸盐的量(μg);

m——样品质量(g)。

参考文献:

- [1] GB/T5009.33-2003,食品中亚硝酸盐测定标准[S].
- [2] Fiddler W, Doerr R C, Gates R A, et al. Comparison of chemiluminescent and AOAC methods for determining nitrite in commercial cured meat products[J]. JAOAC, 1984, 67(3):525-528.
- [3] 张水华, 食品分析[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2005.

《食品科学》撰稿要求

1. 稿件(附软盘或电子邮件)要求论点明确,论据可靠,数据准确,文字通顺、简练。
2. 引用他人成果时,请按《著作权法》有关规定说明出处。内容应未曾发表过或被其他出版物刊载过,且无一稿两投。英文稿件可接收,但应把题目、作者、单位、摘要、关键词译成中文。
3. 稿件要求6000字以内,须有中文分类号,文献标识码,第一作者简介,中、英文标题,中英文单位、作者,并做200字左右的中、英文摘要和3~8个关键词,表题、图题请用中英文对照。
4. 凡属于重大科技获奖的论文和国家级省部级资助项目的研究报告、论文,请来稿注明批准号,我刊将优先刊登。
5. 来稿内容涉及配方时,须写明配料的名称和配比,勿用代号;工艺过程要完整,不要省略;插图、表格需放在正文的相应地方,不要集中;引用图表要有出处,计量要用法定单位。
6. 文稿中的参考文献不得超过40条,其格式请按如下规定表达:
[期刊]主要责任者.文献题名[J].刊名,年,卷(期):起止页码.
[书籍]主要责任者.文献题名[文献类型标识].出版地:出版者,出版年.起止页码(任选).
附文献类型标识
专著[M]、论文集[C]、报纸文章[N]、期刊文章[J]、学位论文[D]、报告[R]、标准[S]、专利[P]
7. 来稿请注明详细地址和电话,便于通知联系。
8. 电子信箱(E-mail): chnfood@chnfood.cn
9. 来稿请寄:100076 北京市大兴区西红门路8号《食品科学》编辑部
10. 审稿结果在6个月内公布于我刊网站www.chnfood.cn,查询方式:点击我刊网站→食品科学→来稿查询→输入第一作者姓名或文章题目
11. 由于我刊被《中国期刊网》、《万方数据库》、《台湾华艺思博网》全文收录,故向本刊投稿者若未声明,均视为其文稿刊登后可供以上数据库收录、转载并上网发行;其作者文章著作权使用费与稿酬一次付清,本刊不再另付其他报酬。若作者不同意自己的文章在以上数据库刊载,请投稿时书面通知我编辑部。
12. 联系电话 010-60256914/24/34/44/54-0