

肉中微量氨的纳氏试剂光度法测定

章丽燕^{1,2}, 王 强², 余彬彬², 庄目德²

(1. 福建龙岩学院化学与材料工程系, 福建 龙岩 364000

2. 厦门大学化学化工学院化学系, 现代分析科学教育部重点实验室, 福建 厦门 361005)

摘 要: 本文提出了一种测定肉中粗氨的方法, 可用于肉品新鲜度的检验。在常温下, 纳氏试剂与肉中粗氨反应生成淡红棕色胶态化合物, 最大吸收波长为 400nm, 表观摩尔吸光系数为 $1.404 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$, 线性方程为 $y=0.52x+0.0001$, $r=0.9997$, 线性范围为 $0 \sim 1.0 \mu\text{g/ml}$, 回收率在 97.8%~104.8% 之间。

关键词: 纳氏试剂; 粗氨; 肉; 光度法

Determination of Microamounts of Ammonia in Meat by Nessler's Reagent Spectrophotometry

ZHANG Li-yan^{1,2}, WANG Qiang², YU Bin-bin², ZHUANG Mu-de²

(1. Department of Chemical and Material Engineering, Longyan College, Longyan 364000, China

2. Key Laboratory of Analytical Sciences, Ministry of Education, Department of Chemistry, College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

Abstract: A method for the determination of the crude ammonia in meat was presented in this paper. The method based on the color reaction of ammonia-Nessler's Reagent in room temperature. The results showed that the apparent molar absorptivity is $1.404 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ at the wavelength of 400nm. Beer's law is obeyed for the ammonia in the range of $0 \sim 1.0 \mu\text{g/ml}$. The correlation coefficient is 0.9995. The recovery rate is 97.8%~104.8%. The method has been applied satisfactorily to crude ammonia in meat.

Key words: Nessler's reagent; crude ammonia; meat; spectrophotometry

中图分类号: TS251

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)02-0241-03

肉中的粗氨含量是反映肉品新鲜度的一项重要指标, 目前国内主要以挥发性盐基氮表示肉的新鲜度。新鲜的肉中粗氨含量很低, 但在肉类腐败时, 肉中的蛋白质在酶和细菌的作用下分解生成氨^[1]和铵盐等碱性含氮物质称为粗氨。粗氨随肉品腐败的进行而增加, 因此粗氨可作为判定肉类新鲜程度的卫生标准之一^[2]。文献报道的检验肉品新鲜度的方法中纳氏试剂检验法为定性判断^[3], 缺乏准确的定量依据。本文通过定量测定肉中的粗氨含量, 为判断肉的新鲜度提供一个简便方法。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

紫外可见UV-7500分光光度计 上海天美科学仪器有限公司。

氮标准溶液(1.00mg/ml): 称取0.3819g经100℃干燥过的氯化铵溶于水中, 移入100ml容量瓶中加水至刻线摇匀。用时稀释成含氮100mg/ml的标准工作液。

纳氏试剂的配制: 称取16.0g NaOH, 溶于50ml水中, 充分冷却至室温; 另称取7.0g KI和10.0g HgI₂溶于水, 将此溶液在搅拌下徐徐注入NaOH溶液中, 用水稀释至100ml, 贮于聚乙烯瓶中, 密封保存。

酒石酸钾钠溶液: 称取50.0g酒石酸钾钠溶于100ml水中。

以上试剂均为分析纯, 水为去离子蒸馏水。

1.2 实验原理及方法

1.2.1 实验原理

挥发性盐基氮(NH₄⁺R⁻)存在一个能被碱液游离出来的NH₄⁺, 在碱性下即形成NH₄OH; 纳氏试剂中碘化汞和碘化钾的碱性溶液与氨反应生成淡红棕色胶态化合物^[4], 该化合物性质稳定且其吸光度与溶液中的氨含量在一定范围内呈线性关系, 可以用比色法测定。

1.2.2 样品处理

称取样品10.0g按采样和制样要求^[5]处理后用100ml

收稿日期: 2006-01-16

基金项目: 福建省科技计划重点项目(2004Y012)

作者简介: 章丽燕(1966-), 女, 讲师, 本科, 主要从事分析化学的研究。

去离子蒸馏水浸提 30min, 浸提过程中要不断振荡, 过滤除去残渣, 得到滤液即 10% 的样品浸提液。

1.2.3 标准曲线的绘制

准确吸取 0、25、50、100、300、500 μl 含氮 100 $\mu\text{g/ml}$ 的氮标准液分别置于 50ml 容量瓶中(含氮量分别为 0、0.05、0.1、0.2、0.4、0.6、1.0 $\mu\text{g/ml}$)。分别加入 30ml 的水, 1ml 酒石酸钾钠溶液, 混匀; 加 1.5ml 纳氏试剂, 加水稀释至刻度, 混匀。放置 12min 后, 在 400nm 处, 用 20mm 比色皿, 以水为参比, 测定吸光度。

2 结果与分析

2.1 吸收曲线

用 50 $\mu\text{g}/50\text{ml}$ 的氮标准液, 以试剂空白为参比, 按标准曲线的绘制操作测定吸光度, 绘制吸收曲线如图 1。由图 1 知, 在 400nm 处有最大吸收, 故选择 400nm 作为测定波长。

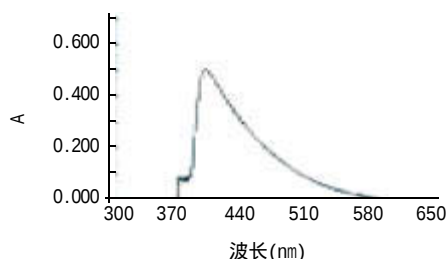


图1 吸收光谱曲线

Fig.1 The curve of absorption spectrum

2.2 显色时间和显色稳定性

取 50 $\mu\text{g}/50\text{ml}$ 的氮标准液, 分别按标准曲线的绘制操作测定吸光度, 以吸光度对时间作图, 如图 2。由图 2 可知在 12~50min 范围内溶液的吸光度较高且稳定, 所以选择显色时间为 12min。

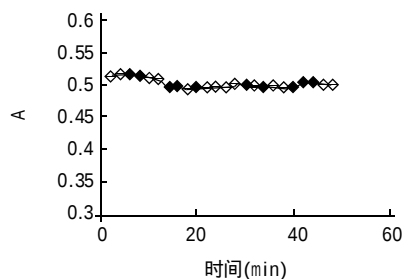


图2 显色时间的影响

Fig.2 Effects of reaction time

2.3 试剂用量的影响

由图 3 和图 4 可以看出, 纳氏试剂用量为 1.5ml 时吸光值较大, 酒石酸钾钠用量为 1.0ml 时吸光值较大;

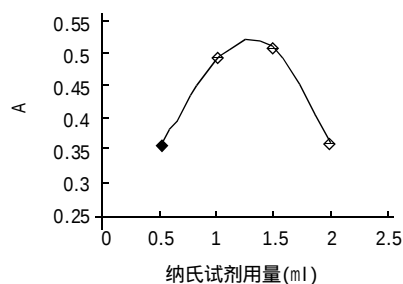


图3 纳氏试剂用量的影响

Fig.3 Effects of amount of Nessler reagent

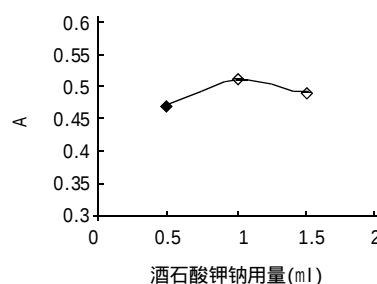


图4 酒石酸钾钠用量的影响

Fig.4 Effects of amount of potassium sodium tartrate

故试剂用量取纳氏试剂 1.5ml, 酒石酸钾钠溶液 1.0ml。

2.4 显色温度的影响

取 50 $\mu\text{g}/50\text{ml}$ 的氮标准液, 在不同的水浴温度下显色 12min, 测吸光度, 以吸光度对温度作图, 得图 5。由图 5 可知显色温度越高, 其吸光值越高。故为减少误差, 在实际测样品时, 标准曲线和样品的显色温度需大致相同。

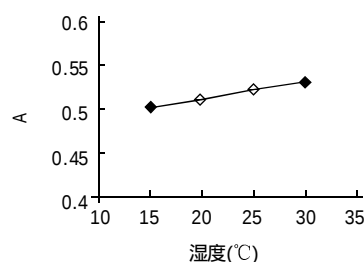


图5 显色温度的影响

Fig.5 Effects of temperature

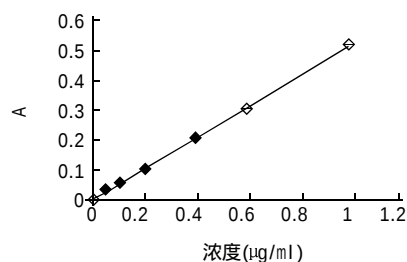


图6 标准曲线 A-C

Fig.6 Relationship between absorbency and concentration

2.5 标准曲线

由图6可知,线性范围为0~1.0 μg/ml,回归方程为: $y=0.52x+0.0001$,相关系数 $r=0.9997$,表观摩尔吸光系数为 $1.404 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。

2.6 样品溶液的显色稳定性

随机从市场取样品,按样品处理方法处理后分别吸取上述浸提液1ml置于50ml容量瓶中,在与绘制标准曲线相同的条件下测定不同显色时间的吸光度值,以吸光度对显色时间作图,得图7。由图7可知在20min前溶液的吸光度较稳定,20min后吸光度逐渐增大,故测定样品时显色时间不要太长。

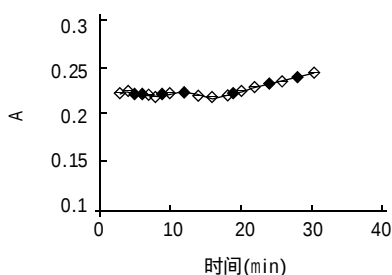


图7 样品溶液的显色稳定性

Fig.7 Color stability of the reaction product of sample solution

2.7 样品分析

随机从市场取样品三份,按样品处理方法处理后分别吸取上述浸提液1ml置于50ml容量瓶中,在与绘制标准曲线相同的条件下测定其吸光度值,结果如表1。由表1可知,方法的精密度和准确度较高。

表1 样品分析结果($\text{NH}_3\text{-N}$ 含量, $n=6$)

Table 1 Determination of sample (the content of $\text{NH}_3\text{-N}$, $n=6$)

样品	测定值 ($\mu\text{g}/50\text{ml}$)	标样加入量 (μg)	测得值 ($\mu\text{g}/50\text{ml}$)	回收率 (%)	RSD (%)
1	15.91	2.5	18.53	104.8	3.13
2	21.59	5.0	26.48	97.8	2.04
3	22.08	10.0	32.47	103.9	1.72

2.8 待测液放置时间的影响

将制备好的肉浸液放置10、40、70、100min,各测一次其吸光度,所得结果如图8。随放置时间的增加,肉浸液的吸光值有增加的趋势,但在放置100min内,其增加率小于5%。

2.9 样品不同放置时间的粗氨值

将新鲜的肉样品在室温下(27℃)放置0.5、6、12、24、30h,按样品处理方法处理后分别吸取上述浸提液1ml置于50ml容量瓶中,在与绘制标准曲线相同的条件下测定其吸光度值,结果如图9。由图9可知,样品

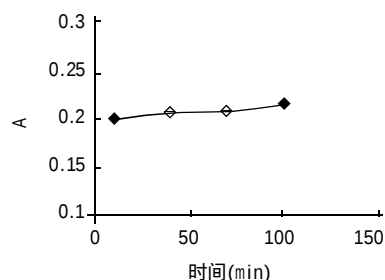


图8 肉浸液放置时间对吸光度的影响

Fig.8 Relationship between placed time and absorbance

随放置时间的增加,吸光度不断增加,肉品中的粗氨也不断增加。

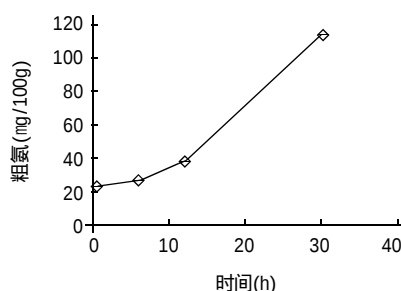


图9 样品中粗氨与放置时间关系图

Fig.9 Relationship between crude ammonia content and depositing time

2.10 干扰情况

一般离子不干扰,干扰离子主要是Fe、Mn、Mg、S等离子,可用掩蔽剂酒石酸钾钠加以消除。

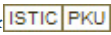
3 结论

用纳氏试剂比色法测定肉中粗氨的含量可用于判断肉的新鲜度,最大吸收波长为400nm,线性方程为 $y=0.52x+0.0001$, $r=0.9997$,线性范围为0~1.0 μg/ml,回收率在97.8%~104.8%。本法简便、迅速、灵敏度和准确度较好,对肉品中微量氨的检验具有较好的结果。

参考文献:

- [1] 刘希良,葛长荣,肉品工艺学[M].北京:中国农业出版社,1997:123-124.
- [2] 庄玉亭,赵月兰,肉品新鲜度检测方法[J].河北科技大学学报,1999(2):63-65.
- [3] 黄伟坤.食品检验与分析[M].北京:中国轻工业出版社,1989:397.
- [4] 《水和废水监测分析方法》编委会.水和废水监测分析方法[M].4版,北京:中国环境科学出版社,2002:279.
- [5] 国家标准局.GB/T5009肉与肉制品卫生标准的分析方法[S].2003:44.

肉中微量氨的纳氏试剂光度法测定

作者: [章丽燕](#), [王强](#), [余彬彬](#), [庄目德](#), [ZHANG Li-yan](#), [WANG Qiang](#), [YU Bin-bin](#), [ZHUANG Mu-de](#)
作者单位: [章丽燕, ZHANG Li-yan \(福建龙岩学院化学与材料工程系, 福建, 龙岩, 364000; 厦门大学化学化工学院化学系, 现代分析科学教育部重点实验室, 福建, 厦门, 361005\)](#), [王强, 余彬彬, 庄目德, WANG Qiang, YU Bin-bin, ZHUANG Mu-de \(厦门大学化学化工学院化学系, 现代分析科学教育部重点实验室, 福建, 厦门, 361005\)](#)
刊名: [食品科学](#) 
英文刊名: [FOOD SCIENCE](#)
年, 卷(期): 2007, 28 (2)
被引用次数: 2次

参考文献(5条)

1. [国家标准局](#) [GB/T 5009-2003. 肉与肉制品卫生标准的分析方法](#) 2003
2. [《水和废水监测分析方法》编委会](#) [水和废水监测分析方法](#) 2002
3. [黄伟坤](#) [食品检验与分析](#) 1989
4. [庄玉亭;赵月兰](#) [肉品新鲜度检测方法](#)[期刊论文]-[河北科技大学学报](#) 1999 (02)
5. [刘希良;葛长荣](#) [肉品工艺学](#) 1997

引证文献(2条)

1. [张新国. 唐莉. 闫璐颖. 陈建华. 王旻](#) [毕赤酵母工程菌高密度发酵中氨态氮含量的测定](#)[期刊论文]-[微生物学杂志](#) 2008 (6)
2. [李莉. 李瑞](#) [靛酚蓝光度法测定鲜肉中粗氨的研究](#)[期刊论文]-[泰山医学院学报](#) 2008 (11)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_spkx200702061.aspx