

潮州酱腌菜中硝酸盐及亚硝酸盐含量的测定

郝桂霞, 杨晓斌

(韩山师范学院化学系, 广东 潮州 521041)

摘要: 用盐酸萘乙二胺比色法和紫外分光光度法分别测定潮州 5 种酱腌菜在不同条件下的硝酸盐和亚硝酸盐的含量, 回收率依次为 98%~109%, 96%~110%; RSD: 0.0198%~0.177%, 0.027%~0.041%。结果表明: 酱腌菜经过一段时间的腌制后, 随储存室温的升高, 亚硝酸盐的含量呈升高的趋势, 同时室温暴露在空气中并且没有腌制液存在时酱腌菜中亚硝酸盐含量变得很高。

关键词: 酱腌菜; 亚硝酸盐; 硝酸盐; 测定

中图分类号: TS255.53; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)07-0086-03

Determination of Nitrite and Nitrate in Chaozhou Pickles and Sauerkrauts

HAO Gui-xia, YANG Xiao-bin

(Chemistry Department, Hanshan Teachers' College, Chaozhou 521041, China)

Abstract: The contents of nitrate and nitrite in five kinds of Pickles and Sauerkrauts in Chaozhou were determined by the hydrochloric acid ethylene diamine colorimetric method and the ultraviolet spectrophotometric method. The results showed that, along with the increase of storage temperature, the contents of nitrate in the pickles and sauerkrauts rose. And the contents of nitrate in the pickles and sauerkrauts, which exposed in the air at room temperature, were found to sharply increase.

Key words: pickles and sauerkrauts; nitrate; nitrite; determination

腌制蔬菜中亚硝酸盐含量超标的问题是倍受广大消费者关注的问题, 一直困扰着蔬菜腌制厂家, 成为食品研究的热点。本文采用盐酸萘乙二胺比色法测定潮州 5 种常见的酱腌菜中亚硝酸盐的含量, 方法简单, 准确度和灵敏度高, 干扰小, 同时以紫外分光光度法测定硝酸盐的含量, 方法简便, 快速, 灵敏度高且实用。

1 实验材料与方法

1.1 材料与试剂

酱橄榄; 榨菜; 贡菜; 咸菜; 萝卜干等酱腌菜散装成品购于潮州。

UV-双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司); 724 型可见分光光度计(上海光学仪器厂); SK250LH 超声波清洗机(上海科导超声仪器有限公司)。

对氨基苯磺酸盐溶液: 称取 1.0665 g 对氨基苯磺酸溶于适量的水中, 再加 10.00 mL 浓盐酸, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度。

N-1-萘基乙二胺盐酸盐溶液: 准确称取 0.1071 g

N-1-萘基乙二胺盐酸盐溶于水, 转移至 100 mL 棕色容量瓶中, 用水稀释至刻度, 置于冰箱中保存。

硝酸钠标准贮备液(含硝酸根离子 200 mg/L); 亚硝酸钠标准使用液(5.0 mg/L); 氢氧化钠溶液(20 g/L); (1+1) 盐酸溶液; 0.42 mol/L 硫酸锌溶液; 二次重蒸水, 试剂均为分析纯。

1.2 亚硝酸盐最大吸收波长

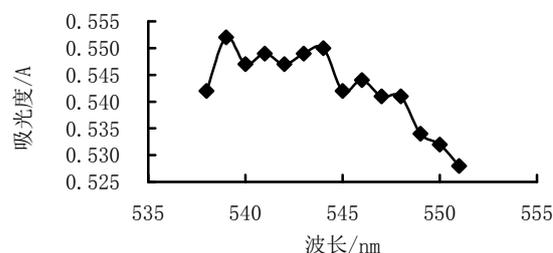


图 1 不同吸收波长的吸光值

准确吸取 4.00 mL 的亚硝酸钠标准使用液, 分别置于 25 mL 的具塞比色管中, 加入 1.00 mL 的对氨基苯磺酸溶液, 密塞混匀, 放置 4 min, 加 1.00 mL N-1-萘基乙二胺盐酸盐溶液, 密塞混匀, 定容, 放置 15 min 后在波长 538-551 nm 处用 1 cm 的比色皿, 以水为参

收稿日期: 2007-04-18

比,测量吸光度。从图 1 可见最大吸收波长是 539 nm。

1.3 亚硝酸盐标准曲线

分别考察了超声波时间,加入对氨基苯磺酸溶液后静置时间,加入 N-1-萘基乙二胺盐酸溶液后静置时间,显色剂^[1]加入量对亚硝酸盐测定的影响,确定最佳条件为酱腌菜超声波提取时间 10 min,加入对氨基苯磺酸溶液后静置时间 4 min,加入 N-1-萘基乙二胺盐酸溶液后静置时间 13 min,对氨基苯磺酸 2.00 mL, N-1-萘基乙二胺盐酸盐溶液 1.00 mL。

准确吸取 0.00 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 的亚硝酸钠标准液(相当于 0.0 μg、2.0 μg、4.0 μg、6.0 μg、8.0 μg、10.0 μg 的亚硝酸钠),分别置于 25 mL 的具塞比色管中,加入 2.00 mL 的对氨基苯磺酸溶液,密塞混匀,放置 4 min,加 1.00 mL N-1-萘基乙二胺盐酸盐溶液,密塞混匀,放置 13 min 后在波长 539 nm 处用 1 cm 的比色皿,以水为参比,测量吸光度。

以二次重蒸水为参比,分别测定各浓度标准溶液在 539 nm 处的吸光度,得相关曲线方程为: $y=0.1503x+0.0097$, $r=0.9988$ 。在 0.00~5.0 g/mL 呈现很好的线性关系。

1.4 硝酸盐含量测定双波长的选择

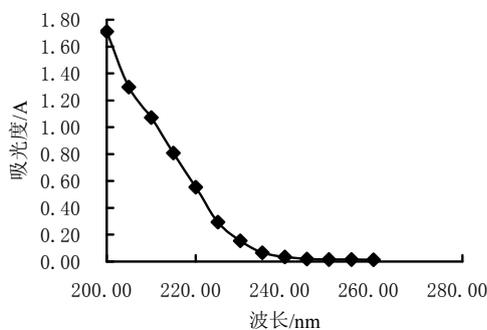


图 2 6.0 mg/L 硝酸根的标准溶液的吸收光谱

图 2 可见,硝酸盐的最大吸收波长并不在 220 nm 处,但由于在该波长处各种干扰离子的吸收值相对较小,(待测液中又有大量的无机离子的存在如:氯离子、钠离子^[2])故选择 220 nm 的波长,使测定的结果准确可靠。另外从图中还可以看出标准硝酸盐水溶液的光谱曲线在 260 nm 处几乎没吸收,说明待测液在 260 nm 处的吸光值是干扰物质的吸光值,应该扣除,所以选择 220 nm 和 260 nm 两个波长的吸光值之差,求硝酸盐的含量。

1.5 硝酸盐标准曲线

分别吸取硝酸盐标准液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 8

个 50 mL 的容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀(此标准系列溶液分别含硝酸根离子浓度 0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、12.0 mg/L、16.0 mg/L、20.0 mg/L)。用 1 cm 的比色皿分别在波长 220 nm 和波长 260 nm 处测其吸光度。得标准溶液浓度与 220 nm 和 260 nm 处的吸光度 ΔA (220-260) 标准曲线,相关曲线方程为: $y=0.413x-0.0699$, 相关系数为 0.9929。在 2.0~16.0 mg/L 呈较好的线性关系。

2 结果与讨论

2.1 亚硝酸盐与硝酸盐含量的测定

表 1 是酱腌菜在密封的条件下在不同的温度中保存 2 d 后测出的酱腌菜中亚硝酸盐的含量的变化情况。

表 1 酱腌菜中亚硝酸盐的含量随室温的变化 (mg/kg)

温度/°C	样品				
	萝卜干	咸菜	贡菜	榨菜	酱橄榄
7	0.509	0.409	0.775	0.343	0.542
15	0.576	0.985	0.619	1.084	0.742
17	0.276	1.075	0.276	1.274	1.014
19.5	0.675	1.440	2.239	1.108	1.075
21	0.752	0.885	0.419	2.083	1.141
25	0.975	0.808	0.509	1.041	1.291

表 2 是不同保存方式保存 2 d 后酱腌菜中亚硝酸盐含量的变化情况。

表 2 不同的保存方式对酱腌菜中亚硝酸盐含量的影响 (mg/kg)

保存方式	样品				
	萝卜干	咸菜	贡菜	榨菜	酱橄榄
密封/(21 °C)	0.752	0.885	0.419	2.083	0.742
敞开/(21 °C)	1.307	16.490	5.700	2.339	2.738
冰箱保存/(7 °C)	0.509	0.409	0.775	0.343	0.542

表 3 是在 3 种不同条件下敞开 2 d 后酱腌菜中亚硝酸盐含量变化情况

表 3 不同的敞开环境酱腌菜中亚硝酸盐含量的影响 (mg/kg)

敞开存放	样品				
	萝卜干	咸菜	贡菜	榨菜	酱橄榄
低温干燥(7 °C)	0.961	1.015	0.782	1.005	1.075
室温干燥(21 °C)	1.307	16.490	5.700	2.339	2.738
无腌制液(21 °C)	1.707	52.420	5.100	2.073	1.440

按前面所述方法对样品中的亚硝酸盐和硝酸盐进行测定,结果见表 4 和表 5。

亚硝酸盐的含量 (mg/kg):

$$X_1 = \frac{M_2 \times V_1 \times 1000}{m_1 \times V_2 \times 1000}$$

式中: m_1 - 样品质量, g; M_2 - 测定用样液中亚硝酸盐的质量, μg ; V_1 - 样品处理液总体积, mL; V_2 - 测定用样液的体积, mL。

样品中硝酸盐的含量 (mg/kg):

$$X_2 = \frac{C \times V_1 \times V_{\text{总}} \times 1000}{m \times V_2 \times 1000}$$

式中: C - 稀释后样品液的浓度, $\mu\text{g/mL}$; m - 样品的质量, g; V_1 - 稀释的体积, mL; V_2 - 吸取滤液的体积, mL; $V_{\text{总}}$ - 滤液的总体积, mL。

表 4 酱腌菜中亚硝酸盐回收率的测定 (mg/kg)

样品	样品亚硝酸盐的含量/(mg/kg)	亚硝酸盐标准液的加入量/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%
酱橄榄	0.542	3.000	3.836	109.0	0.048
榨菜	1.108	3.000	4.102	99.0	0.057
咸菜	1.440	3.000	4.701	109.0	0.020
贡菜	1.706	3.000	4.634	98.0	0.076
萝卜干	0.675	3.000	3.836	105.0	0.177

表 5 酱腌菜中硝酸盐回收率的测定 (mg/kg)

样品	样品硝酸盐的含量/(mg/kg)	硝酸盐标准液的加入量/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%
酱橄榄	173.90	40.00	215.49	104.0	0.027
榨菜	293.24	40.00	337.53	110.0	0.039
咸菜	202.14	40.00	242.89	102.0	0.041
贡菜	276.12	40.00	318.95	107.0	0.027
萝卜干	257.51	40.00	2295.76	96.0	0.038

2.2 讨论

从表知盐酸乙二胺法测定酱菜中的亚硝酸盐, 其回收率: 98%~109%; RSD: 0.0198%~0.177%。而紫外分光光度法测定酱菜中的硝酸盐, 其回收率: 96%~110%; RSD: 0.027%~0.041%。说明这两种方法准确度、灵敏度高, 都是可行的。

酱腌菜随储存室温的升高, 亚硝酸盐的含量呈升高的趋势, 同时室温暴露在空气中且经水洗过并没有腌制液存在时储存几天酱腌菜中亚硝酸盐含量会变得非常高, 说明腌制液和腌制温度是遏制微生物对硝酸盐还原的重要因素。

参考文献

- [1] 李珊, 李永峰, 王之波, 等. 蔬菜、腌菜亚硝酸盐测定及 VC 对亚硝酸盐的阻断[J]. 中国公共卫生, 2004, 20(3): 357
- [2] 齐凤元, 刘丽萍. 蔬菜硝酸盐快速测定方法. 中国蔬菜, 2004 (2): 59

夏季的饮食原则

夏季, 天气炎热, 饮食与健康的关系极为密切。饮食得当, 就能顺利地度过夏天, 如稍不注意, 就有可能感染疾病, 有损于健康。对于老年人来说, 夏季的饮食保健就更为重要了。

首先, 要注意饮食卫生。夏季气温高, 剩饭剩菜容易被细菌污染, 最好不好, 如吃, 也必须经过高温处理, 生吃瓜果要洗净削皮。做凉拌菜时, 菜一定要洗净, 最好在开水中焯一下; 用来切熟食的刀、板、要和切生肉、生菜的分开; 凉拌时, 应放点蒜泥和醋, 这不仅能增加食欲, 有助于消化, 并有杀菌解毒作用, 预防肠道传染病的发生。做冷饮时, 要用凉开水, 不用生水。夏季, 老上人最好不吃小摊上的食品, 以免发生食物中毒。

夏季气温高, 人体神经经常处于紧张状态, 某些分泌腺的功能也受影响, 因而常出现消化力减弱、食欲不振现象, 故应适当多吃些清淡而易消化的食物, 如豆制品、蛋类、乳类、鸡、鱼、新鲜蔬菜、瓜果等, 少吃油腻食物。夏季人体水分和盐丢失较多, 应多喝水, 并适量饮些淡盐水。但切忌饮水过多, 以免增加心脏和消化系统的负担, 应采取少量饮的方法。

如经常喝绿豆汤、赤豆汤, 既能防暑清热, 又能解毒开胃。而经常饮用保健茶, 则有解暑热及爽身提神功效。常见的保健茶有: 盐茶: 用食盐 1 克, 茶叶 5 克, 加开水 500 毫升, 冲泡, 凉后饮用, 有祛热解暑, 补液止渴作用; 菊花茶: 白菊花 5 克, 用 500 毫升开水冲泡, 凉后饮用, 可清热解暑。