

催化光度法测定痕量亚硝酸根的研究及在食品中的应用

严小平, 李成平

(浙江树人大学生物与环境工程学院, 浙江 杭州 310015)

摘要: 基于稀磷酸介质中亚硝酸根催化溴酸钾氧化橙黄IV的褪色反应, 建立测定痕量亚硝酸根的新方法。方法检出限为 $0.56 \times 10^{-6} \text{g/L}$, 线性范围为 $0.03 \sim 10.00 \mu\text{g/ml}$, 回收率为 $98.5\% \sim 100.4\%$ 。该方法已用于食品中亚硝酸根的测定, 结果满意。

关键词: 亚硝酸根; 溴酸钾; 橙黄IV

Catalytic Spectrophotometric Determination of Trace Nitrite and Food Application

YAN Xiao-ping, LI Cheng-ping

(Biology and Environment Engineering College, Zhejiang Shuren University, Hangzhou 310015, China)

Abstract: A new catalytic spectrophotometric method for determination of trace nitrite was developed. The method was based on the catalytic effect of NO_2 on oxidation of orange IV by potassium bromate in H_3PO_4 medium. The detection limit for nitrite was $0.56 \times 10^{-6} \text{g/L}$. The linear range of the determination was $0.03 \sim 10.00 \mu\text{g/ml}$ and the recovery was among $98.5\% \sim 100.4\%$. The method was applied to direct determination of nitrite in food with satisfactory results.

Key words: nitrite; potassium bromate; orange IV

中图分类号: Q657.32

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)12-0189-02

亚硝酸根是环境中重要的污染物之一, 广泛存在于土壤、水和食品等物质中。目前, 亚硝酸根的测定常用 α -萘胺法^[1], 该法选择性高, 但灵敏度较低。催化动力学光度法已有不少报道^[2~6], 但橙黄IV催化光度法未见报道。实验表明, 在稀磷酸介质中, 亚硝酸根可灵敏地催化溴酸钾氧化橙黄IV褪色, 据此建立了测定痕量亚硝酸根的新方法。该方法简便、灵敏, 干扰少, 选择性好, 测定结果准确, 用于食品中亚硝酸根的测定, 结果满意。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

6010 型紫外可见分光光度计 安捷伦科技上海公司;
VIS-7220 型可见分光光度计 北京瑞利分析仪器公司;
CS501 型超级恒温器 重庆试验设备厂。

亚硝酸根标准溶液: 1mg/ml , 用时再稀释为 $5 \mu\text{g/ml}$;
橙黄IV溶液: 0.5mg/ml ; 溴酸钾溶液: 0.05mol/L ;
磷酸溶液: 0.2mol/L 。

所用试剂均为分析纯, 水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

于 2 支 25ml 具塞比色管中, 依次分别加入 0.05mol/L 溴酸钾溶液 2ml , 0.5mg/ml 橙黄IV溶液 1ml ; 0.2mol/L 磷

收稿日期: 2005-01-24

作者简介: 严小平(1967-), 男, 实验师, 主要从事食品分析与检验的教学和研究。

[5] 庄向平, 虞杏英, 杨更生. 银杏叶中黄酮含量的测定和提取方法[J]. 中草药, 1992, 23(8): 122-124.

[6] 陈仲良. 银杏提取物的化学成分和溶剂质量[J]. 中国药理学杂志, 1996, 31(6): 326-330.

酸溶液 1ml, 其中一支加入亚硝酸根溶液 1ml, 另一支为试剂空白, 然后均定容至 25ml, 摇匀, 置于 60℃ 恒温水浴中加热 8min, 立即取出用流水冷却 3min, 用 1cm 比色皿, 以水为参比, 于 476nm 波长处测定非催化体系(无 NO_2^-) 的吸光度 A_1 和催化体系(有 NO_2^-) 的 A_2 , 求 $\Delta A = A_1 - A_2$ 值。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按上述实验方法, 给出非催化体系和催化体系的吸收曲线, 见图 1, 由图 1 可知, 催化体系的吸光度比非催化体系的吸光度明显减少, 而且两者吸收光谱曲线形状基本一致, 最大吸收波长均在 476.0nm 处, 故选择 476.0nm 为测定波长。

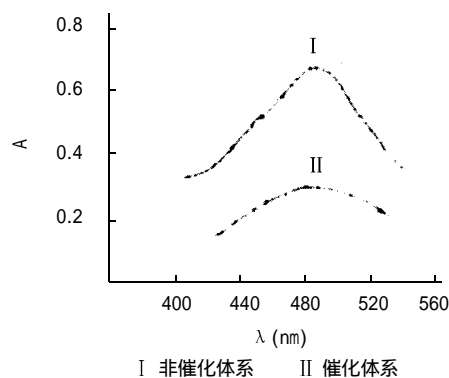


图 1 吸收光谱
Fig.1 Absorption spectra

2.2 实验条件选择

2.2.1 温度影响

当温度低于 40℃ 时, 反应缓慢, 催化效果不明显; 40℃ 以上, 随温度升高, ΔA 逐渐增大, 60℃ 达到最大, 温度再升高, 由于非催化反应速度加快, 导致 ΔA 值减少, 故选择 60℃ 为反应温度。

2.2.2 试剂用量的影响

实验结果表明, 溴酸钾溶液用量在 1.8~3.0ml 之间随浓度增大 ΔA 增大, 3.0ml 以后 ΔA 减少, 取 2.0ml 为反应用量; 橙黄 IV 用量在 0.5~1.5ml 之间效果较好, 选取 1.0ml 为反应用量; 磷酸溶液用量在 0.8~1.3ml 之间效果较好, 取 1.0ml 进行反应。

2.2.3 反应时间的影响

实验表明, 反应时间在 7~10min 之间 ΔA 值逐渐

增大, 8min 时最大, 所以选择 8min 为反应时间。

2.3 工作曲线及检出限

按实验方法, 分别取不同量的亚硝酸根标准溶液进行测定并绘制工作曲线, 在 0.03~10.00 $\mu\text{g/ml}$ 范围内具有良好的线性关系, 其回归方程为:

$$A = 0.1149 + 0.0908 \times C_{\text{NO}_2^-} \quad (\mu\text{g}/25\text{ml})$$

$$r = 0.9997$$

加入 5 μg NO_2^- , 按实验方法进行 11 次测定, 求得本法检出限为 $0.56 \times 10^{-6}\text{g/L}$ 。

2.4 共存离子的影响

本文试验了 23 种常见离子对测定亚硝酸根的影响, 当加入亚硝酸根 5 μg , 允许相对偏差 $\pm 5\%$ 以内时, 共存离子的允许量(以 μg 计): Ni^{2+} 、 K^+ 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 NO_3^- (10^4), Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} (5×10^3), Pb^{2+} 、 Co^{2+} 、 SCN^- 、 CO_3^{2-} (10^3), Al^{3+} 、 Mn^{2+} (5×10^2), Zn^{2+} 、 Br^- 、 I^- (10^2), Cd^{2+} 、 NH_4^+ 、 Ag^+ 、 Cl^- (50), Fe^{3+} (30)。

2.5 样品分析

取适量样品, 经预处理后按试验方法进行测定, 并同时与 Griess 法比较, 结果列于表 1。

表 1 样品分析结果(n=6)
Table 1 Analytical results of samples

样品	α -萘胺法 (ρ / $\text{mg} \cdot \text{g}$)	本法 (ρ / $\text{mg} \cdot \text{g}$)	测定总量 ⁽¹⁾ (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
火腿	0.012	0.013	0.510	99.6	3.5
香肠	0.007	0.008	0.509	100.4	4.3
火腿肠	0.011	0.010	0.512	100.2	1.8
熟牛肉	0.015	0.014	0.507	98.5	2.6

注: (1) 加入量均为 0.50mg/L。

参考文献:

- [1] 刘志民. 现代实用毒物分析[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1984. 466.
- [2] Montes R, Laserna J. Spectrophotometric determination of microamounts of nitrite in water and soil[J]. Talanta, 1987, 34(12): 1021.
- [3] 鲍所言, 王彤立, 边金英. 溴酸钾氧化亮绿 SF 催化光度法测定痕量亚硝酸根[J]. 分析化学, 1995, 23(2): 191.
- [4] 刘长增. 动力学催化光度法测定痕量亚硝酸根[J]. 分析化学, 2000, 28(11): 1362-1365.
- [5] 施青红, 李成平. 催化光度法测定痕量亚硝酸根[J]. 浙江树人大学学报, 2002, 2(2): 76-78.
- [6] 韩长秀, 刘长增. 催化动力学光度法测定痕量亚硝酸根[J]. 理化检验—化学分册, 2002, 38(9): 452-453.