

示波极谱法测定食品中硝酸盐

吕凤英 王银起 王素霞 江苏省赣榆县卫生防疫站 (222100)

食品中硝酸盐测定方法为镉柱还原法,^[1]此法为间接测定,需同时测定亚硝酸盐含量,且镉柱的处理较烦。目前极谱法测定硝酸盐报导甚少。本法在麝香草酚光度法测定水中硝酸盐氮^[2]的基础上,将食品中硝酸盐与麝香草酚反应生成的硝基酚化合物直接用示波极谱法测定,方法灵敏度高,抗干扰强,精密度和准确度均较满意。

1 方法原理 食品经沉淀蛋白,除去脂肪后,溶液中的硝酸盐和麝香草酚在浓硫酸存在下发生反应,生成硝基酚化合物,在碱性底液中发生分子重排,在 -0.84V (VS. SCE)处产生一灵敏的极谱波,波高与硝酸盐浓度呈正比,可定量分析。

2 材料与方 法

2.1 仪器和试剂

MP—1 型电位溶出分析仪、滴定电极、铂电极、饱和甘汞电极 山东电讯七厂产品。

硝酸钠标准液 $1\text{mL}=1.0\mu\text{g}$ $1\text{mL}=10.0\mu\text{g}$ 。

饱和硼砂溶液 5g 硼酸钠溶于 100mL 热水中,冷却。

亚铁氰化钾溶液 10.6g 亚铁氰化钾溶于水至 100mL。

乙酸锌溶液 22g 乙酸锌加 3mL 冰醋酸,溶于水至 100mL。

2.5g/L 麝香草酚乙醇溶液(无水乙醇)。

20g/L 氨基磺酸铵溶液 2g 氨基磺酸铵溶于(1+4)乙酸中并稀释至 100mL。

5g/L 硫酸银硫酸($P_{20}=1.84\text{g/mL}$)溶液。

氨水($P_{20}=0.88\text{g/mL}$)。

所用试剂均为 AR 级,纯水为二次去离子水。

2.2 方法

校正曲线绘制 取 1mL 浓度 $1.0\mu\text{g/mL}$ 硝酸钠标准液 0.0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 1.0mL 于 50mL 比色管中,加水至 1.0mL,各加 0.1mL 氨基磺酸铵溶液,混匀,放置 5 分钟,加 0.1mL 麝香草酚溶液(由管中央直接滴入溶液中,勿沿管壁流下),混匀,加 2.0mL 硫酸银硫酸溶液,混匀,放置 5 分钟,各加纯水 10mL,

混匀,加 7.0mL 氨水,混匀,冷却至室温,上机,三电极系统,二次微分,阴极化,起始电压 -0.35V ,终止电压 -0.95V ,在 -0.84V 处读取峰高值,以峰高(格)对硝酸盐浓度(μg)绘制校正曲线。

试样分析

试样处理 同 GB 5009.33—85。

测定 取试样滤液 1.0mL 于 50mL 比色管中,与校正曲线法同样操作测得试样峰电流值,查校正曲线计算结果。如试样硝酸盐含量高可减少试样用量或采用 $1.0\sim 10.0\mu\text{g}$ 标准系列。

$$\text{计算公式: } x = \frac{A \times 1000}{m \times \frac{G}{100} \times 1000 \times 1000}$$

式中: x —试样中硝酸盐含量(以硝酸钠计 g/kg);

A —测定试样稀释液中硝酸盐含量(μg);

m —试样质量(g);

G —测定用试样处理液的体积(mL)。

3 结果与讨论

麝香草酚溶液的用量 加入 $0.05\sim 0.1\text{mL}$,峰电流最大,随着加入量的增加,峰电流逐渐降低,本文选择加入 0.1mL 。

硫酸银硫酸溶液用量 固定麝香草酚加入量 0.1mL ,分别加入硫酸银硫酸溶液 $0.5\sim 2.5\text{mL}$,结果表明,低于 2mL 峰电流降低, $2\sim 2.5\text{mL}$ 峰电流一致,本文选择 2.0mL 。

氨水用量 在测定液中加入酚红指示剂 1 滴,用氨水滴至微红色后再多加 $0.5, 1.0, 2.0\text{mL}$,随着氨水加入量增多,峰电流负移,以多加 $1\sim 2\text{mL}$ 氨水峰电流值最大且一致,本实验采用多加 1mL,氨水加入总量为 7.0mL 。

峰电流稳定性 在实验条件不变情况下,数日内测定,峰电流无明显变化。

共存离子的干扰 在上述稳定的条件下,相对于 $5\mu\text{g}$ 硝酸钠,测定误差 $< \pm 5\%$ 范围, $2000\mu\text{g}$ Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , $1000\mu\text{g}$ Fe^{2+} , Br^- , I^- , PO_4^{3-} 不干扰测定;亚硝酸盐有正干扰,方法中加入 0.1mL 氨基磺酸铵可消除 $100\mu\text{g}$ 亚硝酸盐的干扰,加入 2mL 硫酸银硫酸溶液可消除 $3000\mu\text{g}$ 氯化物的干扰,不必另行处

理。

线性范围和检出限 在 0.1~10.0 μ g 范围内,硝酸盐浓度和峰电流呈良好的线性关系,回归方程式: 0.1~1.0 μ g, $y = 0.96 + 26.19x$, 相关系数 $r = 0.9997$; 1.0~10.0 μ g $y = 0.83 + 2.62x$, 相关系数 $r = 0.9997$, 本法检出限($L = 4.6xSB$)为 0.06 μ g。

精密度试验 取 3 个不同浓度的试样重复测定 8 次, 结果见表 1。

表 1 精密度试验结果

样号	浓度范围 g/kg	标准差	相对标准差 %
1	0.0165~0.0182	$6.32^{-0.4}$	3.7
2	0.0293~0.0344	$1.5^{-0.3}$	4.7
3	0.0926~0.0980	$2.11^{-0.3}$	2.2

表 2 试样加标回收试验结果

样号	测定次数	加标量 μ g	回收率范围 %	平均回收率
1	8	0.2	87.4~103.6	96.7
2	14	0.5	93.4~102.2	97.7
3	8	0.8	94.4~104.3	101.9

准确度试验 试样中加入不同量的硝酸盐作样品加标回收试验, 结果见表 2。

对照试验 结果见表 3。

表 3 对照试验结果 g/kg

试样号	镉柱还原法	极谱法	试样号	镉柱还原法	极谱法
1	0.0127	0.0126	7	0.0380	0.0380
2	0.0123	0.0126	8	0.1057	0.1036
3	0.0254	0.0267	9	0.0521	0.0517
4	0.0260	0.0273	10	0.0514	0.0513
5	0.0270	0.0300	11	0.0689	0.0627
6	0.0402	0.0367	12	0.0653	0.0607

$t = 1.200 < t_{0.05(11)} = 2.201 \quad P > 0.05$

两组测定结果无显著性差异。

3 参考文献

1 中华人民共和国卫生部. GB 5009—85 食品卫生检验理化部分. 1985—09—01
2 张宏陶主编. 生活饮用水标准检验方法注解. 1993, 328

高效液相色谱法测定植物油中特丁基对苯二酚

仲岳桐 深圳市卫生防疫站 (518020)

特丁基对苯二酚(TBHQ)是一种较新使用的油溶性抗氧化剂, 它的主要特点有: 油溶性好, 添加于任何油脂中均不产生异味与异臭, 在铁离子存在下不着色, 抗氧化能力强, 效果优于其它抗氧化剂, 如丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)和没食子酸丙酯(PG)。美国批准可单独使用或与 BHA、BHT 混合使用, 并规定在油脂中的最大添加浓度为 0.2g/kg。^[1]

虽然 TBHQ 在我国尚未列入食品添加剂使用卫生标准中, 但由于上述优点, 国内一些食品企业已开始将其添加于出口食用植物油中。TBHQ 的测定方法在国外已有研究,^[2]在国内则少见报道。因此, 寻找出一种适合国内实验室检测 TBHQ 的方法具有重要的现实意义。

高效液相色谱法(HPLC)测定 TBHQ 准确可靠, 操作简便, 试样前处理工作量少, 可在食用植物油的检测中得到广泛的应用。

1 材料与方法

1.1 仪器及试剂

UV—260 型紫外—可见分光光度计 日本岛津公司产品;

LC—6A 高效液相色谱仪(配 SPD—6A 紫外检测器) 日本岛津公司产品;

甲醇(AR), 甲醇水溶液(92+8);

标准储备液 准确称取固体 TBHQ 25mg, 用甲醇溶解并定容到 25mL, 配制成浓度为 1.00mg/mL 的标准储备液。