IEC与UV测定黄豆芽和绿豆芽中 亚硝酸盐含量

苏晓燕,马光路,张海芳

(内蒙古化工职业学院,内蒙古呼和浩特 010070)

摘要:对市场上豆芽进行亚硝酸盐含量测定。采用离子色谱法和分光光度法比较测定样品中的亚硝酸盐含量。黄豆芽和绿豆芽中亚硝酸盐含量各不相同。离子色谱作为一种新型的色谱分离技术,比分光光度法更适合于亚硝酸盐的检测,具有快速、简便、灵敏、选择性强等特点。

关键词:离子色谱法;分光光度法;豆芽;亚硝酸盐

Determination of Nitrite Content in Yellow Bean Sprouts and Mung Bean Sprouts by Ion Chromatography and Spectrophotometry

SU Xiao-yan, MA Guang-lu, ZHANG Hai-fang

(Inner Mongolia Vocational College of Chemical Engineering, Hohhot 010070, Inner Mongolia, China)

Abstract: The bean sprouts on the market were determined by nitrite content. The contents of nitrite in the samples were determined by ion chromatography and spectrophotometry. The contents of nitrite in yellow bean sprouts and mung bean sprouts were different. Ion chromatography is a new type of chromatographic separation technology, and it is more suitable for the detection of nitrite, which is characterized by rapid, simple, sensitive and selective.

Key words: ion chromatography; spectrophotometry; bean sprouts; nitrite

豆芽是老百姓餐桌上不可或缺的一种蔬菜,近年来“问题”豆芽的出现,使人们对豆芽望而却步。豆芽中6-腺基嘌呤,尿素,亚硝酸盐和硝酸盐成了关注的焦点。亚硝酸盐能引起组织缺氧,而且是剧毒物质,成人摄入0.2 g~0.5 g即可引起中毒,3 g即可致死,同时还是一种致癌物质^[1-9]。

本文采用离子色谱法和分光光度法比较测定黄豆芽和绿豆芽中的亚硝酸盐含量,方法参考GB 5009.33-2010《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》,并对其中的一些方法及用量进行了改进,结果表明离子色谱作为一种新型的色谱分离技术,比分光光度法更适合于亚硝酸盐的检测,具有快速、简便、灵敏、选择性强等特点。

1 试剂和材料

1.1 试剂

纯化水,乙酸,氢氧化钾,亚硝酸根离子标准溶液(100 mg/L),亚铁氰化钾,乙酸锌,硼酸钠,盐酸萘乙二胺,对氨基苯磺酸,亚硝酸钠(均为分析纯):天津大茂化学试剂厂。

农贸市场采购的黄豆芽、绿豆芽,共60个样品(均为新鲜样品)。

1.2 仪器

ICS-1600型离子色谱仪:美国戴安公司;JYL-C010型多功能料理机:九阳股份有限公司;PS-1001型超声波清洗机:合肥攀升超声波科技有限公司;FA2004N型电子天平:上海菁海仪器有限公司生产;TD5M型台式离心机:上海卢湘仪离心机仪器有限公司;T6S紫外可见分光光度计:北京普析通用仪器有限责任公司。

1.2 试样预处理及溶液的配制

将豆芽样品用去离子水洗净,晾干后,去根切碎混匀。将切碎的豆芽样品用食物粉碎机制成匀浆

作者简介:苏晓燕(1982—),女(汉),讲师,本科,研究方向:食品分析、仪器分析。

备用。

乙酸溶液(3%):取乙酸 3 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

亚硝酸盐标准使用液(供离子色谱使用):准确移取亚硝酸根离子的标准溶液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 106.0 g 亚铁氰化钾,用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

乙酸锌溶液(220 g/L):称取 220.0 g 乙酸锌,先加 30 mL 冰醋酸溶解,用水稀释至 1 000 mL。

饱和硼砂溶液(50 g/L):称取 5.0 g 硼酸钠,溶于 100 mL 热水中,冷却后备用。

盐酸萘乙二胺溶液(2 g/L):称取 0.2 g 盐酸萘乙二胺,溶于 100 mL 水中,混匀后,置棕色瓶中,避光保存。

对氨基苯磺酸溶液(4 g/L):称取 0.4 g 对氨基苯磺酸,溶于 100 mL 20%(体积分数)盐酸中,置棕色瓶中混匀,避光保存。

亚硝酸盐标准使用液(供分光光度法使用):吸取亚硝酸盐标准使用液(供离子色谱使用)1 mL,于 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。

2 试验与方法^[1]

2.1 离子色谱法

2.1.1 提取

称取豆芽试样匀浆 5 g,加入 50 mL,到入 100 mL 试剂瓶中,用超声波超声提取 30 min。在 80 °C 水浴中放置 5 min,取出放置至室温,加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤取部分溶液于 10 000 r/min 离心机上离心 20 min,取上清液备用。

取备用的上清液约 15 mL,通过 0.22 μm 水性滤膜针头滤器、C18 柱,弃去前面 5 mL,收集后面洗脱液待测。

2.1.2 色谱条件

色谱柱:氢氧化物选择性,Dionex IonPac AS11-HC,4 mm×250 mm;淋洗液:氢氧化钾溶液,浓度为 6 mmol/L~70 mmol/L;洗脱梯度为 6 mmol/L、35 min,70 mmol/L、5 min,6 mmol/L、5 min;流速:0.8 mL/min;抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置;检测器:电导检测器,检测池温度为 35 °C;进样体积:50 μL。

2.1.3 标准曲线

移取亚硝酸盐标准使用液,加水逐级稀释,制成系列标准溶液,从低到高浓度依次进样,得到上述各浓度标准溶液的色谱图。以亚硝酸根离子的浓度(mg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线并计算线

性回归方程为 $y=0.7924x-0.008$, $R^2=0.9996$ 。

2.1.4 精密度

精密吸取黄豆芽 1 号和绿豆芽 1 号的待测液分别进样 5 次,结果计算 RSD 范围为 0.8%~1.4%,均小于 5%。

2.1.5 稳定性

将亚硝酸盐标准液与黄豆芽 1 号和绿豆芽 1 号的待测液在测试条件下每隔 15 min 检测吸光度值,计算待测成分的含量,RSD 范围为 2.5%~3.1%,均小于 5%,表明各溶液在 1 h 内测定结果稳定。

2.1.6 样品测定

分别吸取空白和试样溶液 50 μL,在相同工作条件下,依次注入离子色谱仪中,记录色谱图。

2.1.7 回收率

黄豆芽 1 号和绿豆芽 1 号的待测液,分别加入高、中、低浓度的亚硝酸盐标准液,测定吸光度,并计算样品加标回收率,结果回收率在 99.8%~105.6%之间。

2.2 分光光度法

2.2.1 提取

称 5 g 制成匀浆的豆芽试样于 50 mL 烧杯中,加 12.5 mL 饱和硼砂溶液,搅拌均匀之后用 70 °C 左右的水 200 mL 将试样洗入 500 mL 容量瓶中,在沸水浴中加热 30 min,取出冷却放置至室温。

2.2.2 提取液净化

在振荡上述提取液时加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液,摇匀,并加入 5 mL 乙酸锌溶液,加水至刻度,摇匀,放置 30 min,除去上层脂肪,上清液用滤纸过滤,弃去初滤液 50 mL,滤液备用。

2.2.3 精密度

精密吸取黄豆芽 1 号和绿豆芽 1 号的待测液分别进样 5 次,结果计算 RSD 范围为 1.5%~2.6%,均小于 5%。

2.2.4 稳定性

将亚硝酸盐标准液与黄豆芽 1 号和绿豆芽 1 号的待测液在测试条件下每隔 15 min 检测吸光度值,计算待测成分的含量,RSD 范围为 2.7%~3.4%,均小于 5%,表明各溶液在 1 h 内测定结果稳定。

2.2.5 测定

吸取 40.0 mL 上述滤液于 50 mL 具塞比色管中,另吸取 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 亚硝酸钠标准使用液,分别置于 50 mL 具塞比色管中。于标准管与试样管中分别加入 2 mL 对氨基苯磺酸溶液,混匀,静置大约 5 min 后各加入 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液,加水至刻度,摇匀,并静置 30 min,于波长 538 nm 处测吸光度,绘制标准曲线,得线性回归方程为 $y=0.0157x+0.0182$, $R^2=0.9990$ 。

2.2.6 回收率

黄豆芽 1 号和绿豆芽 1 号的待测液,分别加入高、中、低浓度的亚硝酸盐标液,测定吸光度,并计算样品加标回收率,结果回收率在 96.3%~98.7%之间。

3 结果与讨论

离子色谱法与紫外分光光度法分别测定豆芽中亚硝酸盐含量结果见表 1。

表 1 样品中亚硝酸盐含量测定结果

Table 1 Samples by nitrite content determination results

样品	离子色谱法测定亚硝酸盐含量/(mg/kg)	分光光度法测定亚硝酸盐含量/(mg/kg)	样品	离子色谱法测定亚硝酸盐含量/(mg/kg)	分光光度法测定亚硝酸盐含量/(mg/kg)
黄豆芽 1	0.178 1	0.156 2	绿豆芽 1	0.067 32	0.06614
黄豆芽 2	0.254 8	0.243 6	绿豆芽 2	0.034 81	0.034 63
黄豆芽 3	0.874 3	0.863 5	绿豆芽 3	0.097 12	0.096 03
黄豆芽 4	1.097	1.053	绿豆芽 4	0.076 55	0.075 58
黄豆芽 5	1.342	1.346	绿豆芽 5	0.012 36	0.012 31
黄豆芽 6	0.953 9	0.934 6	绿豆芽 6	0.065 43	0.066 65
黄豆芽 7	1.043	1.048	绿豆芽 7	0.057 64	0.053 12
黄豆芽 8	1.387	1.380	绿豆芽 8	0.043 95	0.041 86
黄豆芽 9	2.098	2.076	绿豆芽 9	0.048 73	0.047 81
黄豆芽 10	1.123	1.107	绿豆芽 10	0.076 10	0.074 37
黄豆芽 11	0.146 5	0.145 4	绿豆芽 11	0.089 21	0.088 14
黄豆芽 12	0.183 2	0.180 8	绿豆芽 12	0.174 3	0.169 0
黄豆芽 13	3.245	3.142	绿豆芽 13	0.098 76	0.089 76
黄豆芽 14	2.365	2.310	绿豆芽 14	0.154 9	0.156 3
黄豆芽 15	0.668 9	0.672 4	绿豆芽 15	0.090 15	0.086 21
黄豆芽 16	1.854	1.856	绿豆芽 16	0.123 5	0.108 4
黄豆芽 17	3.732	3.701	绿豆芽 17	0.265 3	0.278 2
黄豆芽 18	2.104	2.096	绿豆芽 18	0.095 45	0.108 5
黄豆芽 19	0.823 6	0.808 4	绿豆芽 19	0.043 21	0.031 07
黄豆芽 20	1.342	1.337	绿豆芽 20	0.132 4	0.126 7
黄豆芽 21	0.728 4	0.714 6	绿豆芽 21	0.041 24	0.040 01
黄豆芽 22	0.954 2	0.947 9	绿豆芽 22	0.069 54	0.068 32
黄豆芽 23	1.376 4	1.345	绿豆芽 23	0.073 25	0.069 87
黄豆芽 24	1.976	1.968	绿豆芽 24	0.156 0	0.151 3
黄豆芽 25	0.861 2	0.795 4	绿豆芽 25	0.753 9	0.748 6
黄豆芽 26	1.763	1.751	绿豆芽 26	0.047 24	0.038 43
黄豆芽 27	2.210	1.998	绿豆芽 27	0.017 13	0.015 97
黄豆芽 28	3.173	3.137	绿豆芽 28	0.043 67	0.043 01
黄豆芽 29	1.189	0.186	绿豆芽 29	0.176 5	0.168 7
黄豆芽 30	1.156	1.132	绿豆芽 30	0.279 8	0.249 4

从表 1 中可知,测定 30 个黄豆芽样品中亚硝酸盐的含量均符合要求,没有超过原农业行业标准 NY5317-2006《无公害食品 芽类蔬菜》中规定,亚硝酸盐的含量 ≤ 4 mg/kg。其中离子色谱法测定 30 个黄豆芽中亚硝酸盐的含量范围为 0.146 5 mg/kg~3.732 mg/kg,最高的为 17 号黄豆芽样品,最低的为 11 号黄豆芽样品,30 个黄豆芽样品中亚硝酸盐含量平均值 1.407 mg/kg;分光光度法测定 30 个黄豆芽中亚硝酸盐的含量范围为 0.145 4 mg/kg~3.701 mg/kg,30 个黄豆芽样品中亚硝酸盐含量平均值 1.348 mg/kg。

从表 1 中可知,分光光度法测定 30 个绿豆芽样品中亚硝酸盐的含量均符合要求,没有超标。其中离子色谱法测定 30 个绿豆芽中亚硝酸盐的含量范围为

0.012 36 mg/kg~0.753 9 mg/kg,最高的为 25 号绿豆芽样品,最低的为 5 号绿豆芽样品,30 个绿豆芽样品中亚硝酸盐含量平均值 0.116 8 mg/kg;分光光度法测定 30 个绿豆芽中亚硝酸盐的含量范围为 0.012 31 mg/kg~0.748 6 mg/kg,30 个绿豆芽样品中亚硝酸盐含量平均值 0.113 5 mg/kg。

整体而言,60 个豆芽样品中的亚硝酸盐含量均未超标,符合要求,30 个绿豆芽样品中的亚硝酸盐含量明显低于 30 个黄豆芽中的亚硝酸盐含量。离子色谱法测定的 60 个豆芽中的亚硝酸盐含量均高于分光光度法测定的亚硝酸盐含量,可知,离子色谱法是一种新型的分析方法,具有快速、敏捷、灵敏度高等特点,比分光光度法更适合离子的分析检测。

4 结论

采用离子色谱法和分光光度法对市场上 30 个黄豆芽样品和 30 个绿豆芽样品进行亚硝酸盐检测,样品中亚硝酸盐的含量均符合要求,没有超标,绿豆芽中亚硝酸盐均值含量低于黄豆芽中的亚硝酸盐含量。从试验可以看出,离子色谱法的精密度、稳定性以及回收率结果均高于紫外分光光度法,结果表明离子色谱作为一种新型的色谱分离技术,比分光光度法更适合于亚硝酸盐的检测,具有快速、简便、灵敏、选择性强等特点。仍然建议相关部门应采取有效的预防措施,来保障人民群众的菜篮子工程的安全。

参考文献:

- [1] 曹会兰.亚硝酸盐对人体的危害和预防[J].微量元素与健康研究,2003(2):57-58
- [2] 新乡市豆芽中亚硝酸盐含量的测定[J].中国科技信息,2011(14):84-85
- [3] 叶秀芳,陈忻,陈纯馨,等.佛山禅城市场豆芽中有害成分的检测[J].佛山科学技术学院学报(自然科学版),2008(1):60-63
- [4] 李梅,董华强,谢小花,等.豆芽的硝酸盐、亚硝酸盐污染状况及安全食用研究[J].广东农业科学,2010(2):181-184
- [5] 谢寒冰.豆芽质量安全的关键影响因素分析及对策[D].青岛:中国海洋大学,2008:1-43
- [6] 魏惠荣.某高校蔬菜供应点蔬菜中亚硝酸盐的测定和分析[J].广州化工,2014(3):73-75
- [7] 于保霞.食品中亚硝酸盐含量的测定[J].河北化工,2010(3):62-63
- [8] 杨美玲,朱云德,崔东亚.肉食品中亚硝酸盐含量的测定[J].安徽农业科学,2009,37(36):18149-18150,18155
- [9] 颜琪.离子色谱法测定蔬菜中亚硝酸盐含量[J].现代仪器,2007(5):71-72
- [10] 中华人民共和国卫生部.GB 5009.33-2010 食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定[S].北京:中国标准出版社,2010