

关于食品中亚硝酸盐含量的测定的实验报告

课程名称: 基础化学实验

课程日期: 2022年11月12日

第一作者: 安阳

班级: 22

学号: 22377264

邮箱: anyang@buaa.edu.cn

单位: 北京航空航天大学

地址: 北京市海淀区学院路37号

共同作者: 谢池



摘要 本实验是一次化学趣味实验, 我们使用分光光度法测量火腿肠中的亚硝酸盐含量, 并与国家标准相比较. 另外我们同时配置了梯度浓度的亚硝酸盐标准溶液, 用以拟合标准溶液曲线, 作为计算亚硝酸盐含量的标准. 计算得出样品中亚硝酸盐含量约为 $33.32 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 略高于国家标准. 但是我们推测实验过程中的不规范操作可能导致了实验结果偏高, 降低了实验的置信度.

关键词 亚硝酸盐 分光光度法 重氮化反应

1 引言

1.1 亚硝酸盐

1.1.1 亚硝酸盐的化学性质和用途

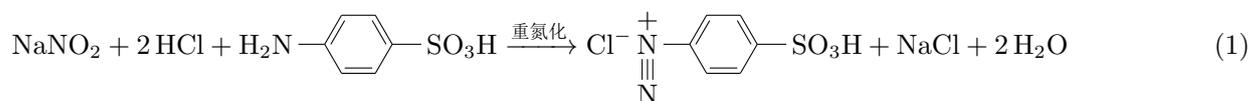
1. 亚硝酸盐是一类无机化合物的总称, 主要指亚硝酸钠.
2. 亚硝酸盐作为一种食品添加剂, 能够保持腌肉制品等的色、香、味, 并具有一定的防腐性.
3. 亚硝酸盐可与肉品中的肌红蛋白反应生成玫瑰色亚硝基肌红蛋白, 增进肉的色泽; 还可增进肉的风味和防腐剂的作用, 防止肉毒梭菌的生和延长肉制品的货架期.

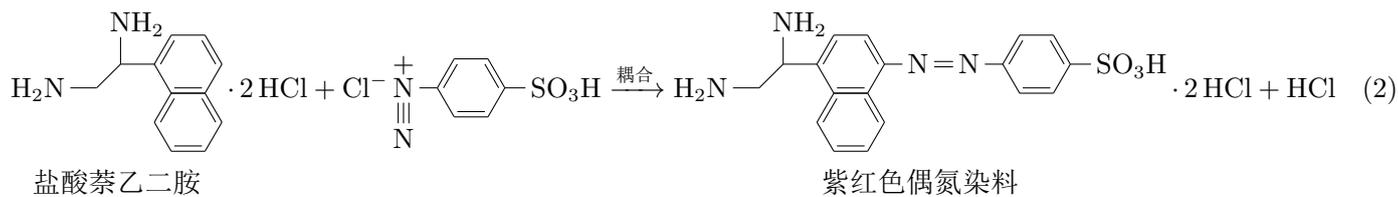
1.1.2 亚硝酸盐的毒性

1. 亚硝酸盐具有毒性, 食入 $0.3 \sim 0.5 \text{ g}$ 即可引起中毒, 3 g 即可导致死亡.
2. 亚硝酸盐能使血液中正常携氧的低铁血红蛋白氧化成高铁血红蛋白, 因而失去携氧能力而引起组织缺氧.
3. 在胃酸等环境下亚硝酸盐与食物中有机胺类等反应生成强致癌物 N—亚硝胺.

1.1.3 实验原理

在弱酸性溶液中, 亚硝酸盐与对氨基苯磺酸发生重氮反应, 生成的重氮化合物与盐酸萘乙二胺偶联成紫红色的偶氮染料, 可用分光光度法测定. 反应有机方程式如式 1 和式 2. 其中紫红色偶氮染料在 $\lambda_{\text{max}} = 540 \text{ nm}$ 处有最大吸收. 我们将测量制得的亚硝酸盐溶液吸光度和标准溶液吸光度曲线进行对比, 进而测定食品中的亚硝酸盐含量.





2 实验部分

2.1 仪器和试剂

仪器：小型粉碎机、分光光度计、电子天平、水浴锅、温度计、容量瓶、比色管、比色管架、吸管、漏斗、吸滤瓶、烧杯等。

试剂：饱和硼砂溶液、 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸锌溶液、 $4 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 对氨基苯磺酸溶液、 $2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸萘乙二胺溶液、 NaNO_2 标准溶液（贮备液 $0.2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ）。

试样：市场销售肉质香肠。

2.2 实验步骤

2.2.1 试样预处理

1. 称取 5 g 经绞碎均匀的肉质香肠试样置于 50 mL 烧杯中；
2. 加入 12.5 mL 硼砂饱和溶液搅拌均匀，然后用 150 ~ 200 mL 左右 70°C 以上的水，将烧杯中的试样全部洗入 250 mL 大烧杯中，并置于沸水浴中加热 15 min；
3. 取出冷却，在轻轻摇动下滴加 2.5 mL ZnSO_4 溶液以沉淀蛋白质，然后全部洗入 250 mL 容量瓶中；加水稀释至刻度，摇匀；
4. 放置 10 min，撇去上层脂肪；减压过滤，弃去最初 10 mL 滤液，测定用滤液应为无色透明。

2.2.2 标准曲线的绘制

1. 准确移取上述 NaNO_2 贮备液 ($0.2 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为 NaNO_2 操作液 $10 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。
2. 分别准确移取 NaNO_2 操作液 ($10 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 mL 于 6 支 50 mL 比色管中；
3. 上述 6 支 50 mL 比色管中加 30 mL 水，2 mL 对氨基苯磺酸溶液，摇匀，静置 3 min；
4. 分别加入 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液，加水稀释至刻度定容，摇匀，静置 15 min。
5. 在 722S 可见分光光度计上，用 1 cm 吸收池，以试剂空白为参比，于波长 $\lambda_{\text{max}} = 540 \text{ nm}$ 处测定各溶液的吸光度 A ；
6. 绘制 $A \sim c_{\text{NO}_2^-}$ 的工作曲线。

2.2.3 试样的测定

1. 准确移取经过处理的试样滤液 40 mL，于 50 mL 比色管中，加 2 mL 对氨基苯磺酸溶液和 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液，加水稀释至刻度定容，摇匀，静置；
2. 在 722S 可见分光光度计上，用 1 cm 吸收池，以试剂空白为参比，于波长 $\lambda_{\max} = 540 \text{ nm}$ 处测定各溶液的吸光度 A ；
3. 在工作曲线上求出试样溶液中 NO_2^- 的浓度，计算试样中 NaNO_2 的质量分数（以 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 表示）。

3 数据分析

3.1 数据处理与计算

原始数据见附表。根据 Lambert-Beer 定律，本实验中溶液的吸光度与浓度成线性关系。对原始标准溶液数据进行线性回归，拟合出标准溶液吸光度曲线图 1。计算得出溶液吸光度 A 和溶液浓度 $\alpha (\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$ 关系为 $A = 0.1136\alpha + 0.0033$ ，相关指数 $R^2 = 0.9644$ ，从而计算得出滤液浓度应为 $\alpha_0 = 0.667 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。依照此数据计算得出原样品中的亚硝酸盐含量为 $b_0 = 33.32 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

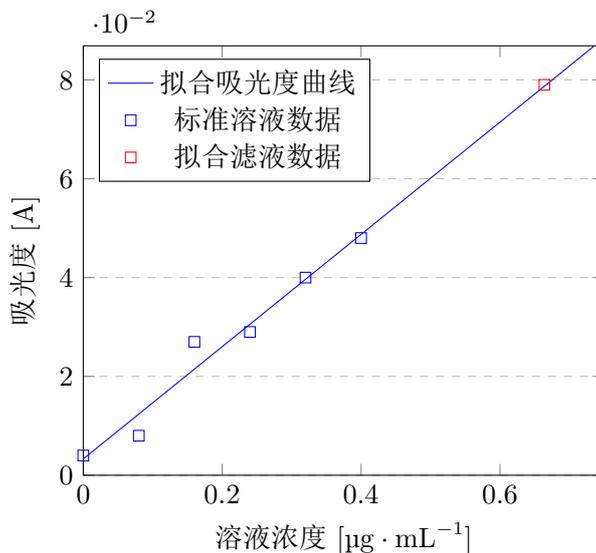


图 1: 拟合出的标准溶液吸光度曲线数据

3.2 置信度分析

注意到本实验测得的标准溶液数据线性性相对可接受。但与其他部分组的结果[1]相对比，我们认为本组的测量含量可能偏高。考虑到其他组测量含量在 $7 \sim 10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 左右，与我们组的差距较大。这可能是由于我们在绘制标准曲线的时候直接将 NaNO_2 溶液和对氨基苯磺酸溶液直接混合，而未及时加入水的原因。这可能会导致二者不能够充分反应，从而降低产生的紫红色偶氮染料的浓度，使得标准溶液数据测得结果偏小，却不影响梯度浓度标准溶液吸光度变化的线性性，拟合相关指数仍能达到 0.9644。

4 结论

本实验利用分光光度法测定了商用火腿肉中亚硝酸盐的含量，计算得出大约为 $33.32 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ，略高于国家标

准 $30 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ [2]. 但我们认为本组实验过程中的不规范操作可能导致了实验结果偏高, 降低了本实验结果的置信度.

5 体会

本次实验是第五次化学实验. 我们通过这次实验更加熟练了实验相关仪器的使用和操作, 基本掌握了分光光度计的使用方法. 实验人员已经有了一定的化学实验经验, 并在本次实验中尽量做到了规范操作, 严谨实验. 但实验人员仍旧在实验过程中出现了操作错误, 这导致了实验置信度的降低. 这再次体现了实验规范性对实验置信度和误差的影响, 与历次实验经验[3, 4, 5, 6]相一致.

6 致谢

感谢王广胜老师、张珊助教对我们实验的指导.

参考文献

- [1] 伊治同. 食品中亚硝酸盐含量的测定[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 3.2
- [2] 国家食品安全风险评估中心. GB 2762-2022: 食品安全国家标准食品中污染物限量[S]. 2022. 4
- [3] 安阳, 伊治同, 谢池. 关于硫酸钡溶度积常数的测定的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5
- [4] 安阳. 关于醋酸解离平衡常数的测定的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5
- [5] 安阳, 伊治同. 关于三草酸合铁(III)酸钾的合成的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5
- [6] 安阳, 谢池. 关于三氯化六氨合钴(III)的制备的实验报告[R]. 北京: 北京航空航天大学, 2022. 5