

文章编号:1002-1124(2005)07-0001-04

亚硝酸根试纸的开发与研制*

屈智慧,邹东雷,张思相,赵旭

(吉林大学 环境与资源学院,吉林 长春 130026)

摘要:本文通过实验确定了一种检测亚硝酸根含量试纸的制备方法。通过实验确定了试纸的材料和显色剂,并对显色剂制备过程中的影响因素进行了分析,实验结果表明:定性中速滤纸可以作为亚硝酸根试纸的材料;含有4-氨基苯磺酰胺和N-1-萘基乙二胺盐酸盐的显色剂A及含有1:1的-萘胺溶液和对氨基苯磺酸溶液的显色剂B,按1:1混合后可以作为显色剂;通过应用实验表明,亚硝酸根试纸具有体积小、便于携带、检测方便、成本低廉等特点。因此,具有广泛的应用价值和市场开发前景。

关键词:亚硝酸根;试纸;显色剂**中图分类号:**O65 **文献标识码:**A

Research for the test paper of nitrite*

QU Zhi - hui ,ZOU Dong - lei ,ZHANG Si - xiang ,ZHAO Xu

(College of Environment and Resources of Jinlin University ,Changchun 130026 ,China)

Abstract: This text introduced a new preparation method of a test paper for measuring the content of nitrite through the experiment. We fixed the material of the test paper and color-developing reagent by experiment, and analyze the affecting factors in the process of preparing color-developing reagent. The result of the experiment showed that the qualitative medium-speed filter paper can be used as the material of the nitrite-detecting paper: color developing reagent A containing 4-aminobenzene sulfonamide and N-1-naphthyl ethylenediamine hydrochloride, and mixtures of 1:1 naphthylamine solution and sulfanilic acid solution as color developing reagent. Practical experiment indicates that the nitrite test paper has a series of features: small-volume, easy-carrying, conveniently-measuring, low-cost, etc. So it has an extensive applied value and market development prospect.

Key words: nitrite; test paper; developer

人类社会越来越向着人性化的方向发展,人们更加关爱生命,更加注重健康。现代医学对给人类健康造成重大威胁的疾病——癌症的研究也越来越深入,尽管许多癌症的病因仍不清楚,但是医学研究表明有效的防癌措施是尽可能的少摄取致癌的物质。而经常用于食物保鲜、调色等的添加剂中往往含有很多有可能转化为致癌、致突变和致畸型的物质,亚硝酸类物质就是其中的一类^[1,2]。国家食品标准对不同的食品的亚硝酸根含量有不同的规定,食品中所含亚硝酸盐类如果超过了国家标准,则被认为具有安全隐患,会对人体的健康产生威胁和危

害。如何方便快捷准确的检测出食品、饮品中的亚硝酸盐类物质,对于人们选择健康的食品进行消费具有重要的意义。我们通过实验研制了检测亚硝酸根的试纸,使其能够快速、简单的检测出食品(尤其是液体食品)中的亚硝酸根物质,方便广大居民携带和使用,因此,具有广泛的应用价值和广阔的市场前景。

1 亚硝酸根试纸的检测原理

对亚硝酸盐类物质定性和定量分析检测的原理,是利用亚硝酸盐类与某些物质能够在常温条件下发生反应而出现颜色的变化,使人们能够很容易的通过肉眼感知,因此,我们选择向待检测物质中加入一些显色物质,即显色剂,使其在亚硝酸根的作用下转化为有色的络合物^[3]。在一定的浓度范围内,显色剂浓度与其在特定波长下的吸光值有线性关系,见图1。

收稿日期:2005-04-25

基金项目:吉林大学第二届“本科生研究机会计划”二类资助项目(JLUSZ25040206)

作者简介:屈智慧(1983-),女,黑龙江省海伦人,现为吉林大学环境与资源学院环境工程专业2002级的学生。

邹东雷(1965-),男,吉林省长春市人,教授,硕士生导师,在读博士研究生,主要从事化学工程和环境工程的教学和科研工作。

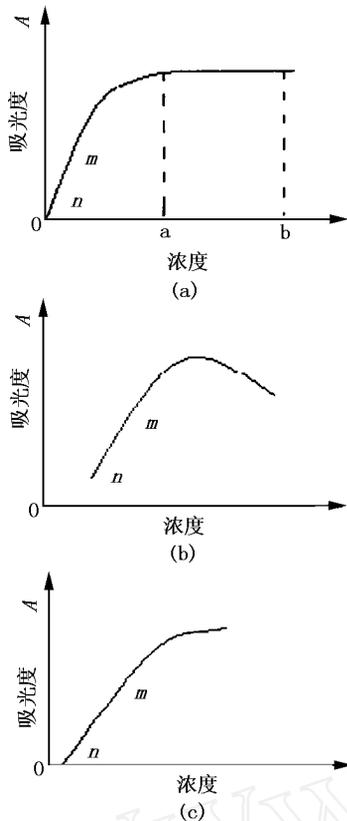


图1 试液吸光度与显色剂的关系

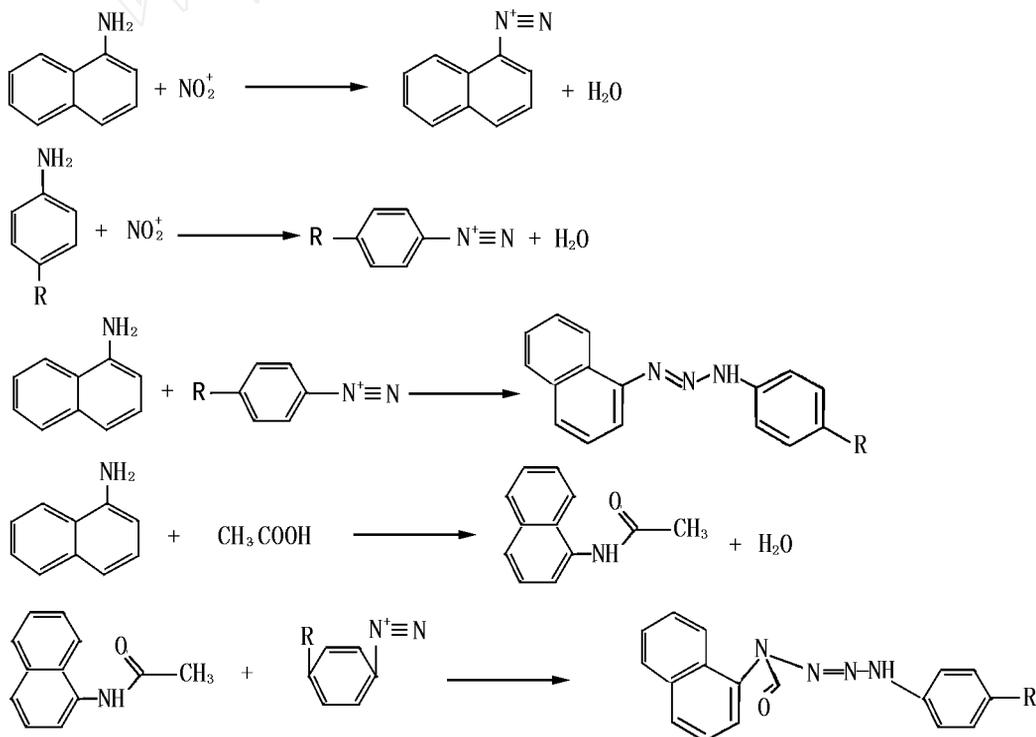
即在 mn 段上试液吸光度与显色剂浓度满足郎伯 - 比尔定律^[4]。

郎伯定律: $-dI/I = Kdb$

郎伯 - 比尔定律 $Lg I_0/I = Kbc$

由此可知,在特定波长下根据试液吸光度与显色物质浓度可做出直线比例关系图形。未知浓度的待测物的吸光度值与直线对照,即可得出待测物的浓度值。许多利用分光光度法来测定的物质,其标准比色系列的颜色往往随着待测物质浓度的逐渐增大而不断加深,色度变化明显。在肉眼条件下,虽然不可能像分光光度计那样精确的测定浓度和吸光值,但是,我们可以通过有色物质颜色的深浅来区分浓度范围,特别是在精度要求不太高时,如 1mg L^{-1} ,甚至是 $5 \sim 10\text{mg L}^{-1}$ 时,肉眼检测是可以达到的。

亚硝酸盐正是这样一类物质。在酸性介质中,亚硝酸根可与苯氨、4 - 氨基苯磺酰胺、萘胺及它们形成的内盐发生重氮、偶联反应生成紫红或粉红色的络合物。亚硝酸根的含量越大试液的颜色越深。在不同浓度的范围内,可以用肉眼将颜色分辨出来。典型的络合反应过程^[5]:



2 亚硝酸根试纸及其标准比色卡的制作

亚硝酸根试纸制作的关键是寻找一种对药剂吸附

性能良好的纸制品,使其能够与亚硝酸根反应时迅速显色,用显色后的试纸与标准系列比色卡比色,根据颜色判断出亚硝酸根的含量。从理论上讲,当吸附材料上吸附并截留一定量的显色剂后,显色剂便与亚硝酸根结合显色,并且,显色因亚硝酸根浓度的

高低而有一定的颜色梯度。

2.1 试纸用纸的选择

试纸纸张的选择需要满足易吸附显色剂、干燥时间短等要求。实验过程分别选用普通绘图纸、稿纸、定性中速滤纸等。将各类纸张分别放入显色剂中浸泡。浸泡一定时间后移入干燥器中进行干燥,在室温条件下,试纸完全干燥后用不同浓度亚硝酸根含量溶液进行显色实验。结果显示定性中速滤纸的反应速度最快,颜色变化比较明显,所以,选定定性中速滤纸为亚硝酸根试纸的材料。

2.2 显色剂及其浓度的选择

2.2.1 显色剂的选择 显色剂采用国家标准(GB7493-87)方法中使用的含有4-氨基苯磺酰胺和N-1-萘基乙二胺盐酸盐的显色剂A,及传统的测定亚硝酸根方法中使用的含有1:1的-萘胺溶液和对氨基苯磺酸溶液的混合物为显色剂B。将试纸分别在显色剂A和B中浸泡一段时间后于常温下干燥。然后用配制的亚硝酸根含量分别为1.00、5.00、10.00和20.00mg L⁻¹的溶液进行试验,实验结果表明单独使用A、B两种显色剂时,显色效果并不明显,颜色没有太大差别。

然而,如果将A、B两种显色剂混合在一起时,则色阶变化比较明显,因此,确定显色剂为两种显色剂的混合液。

2.2.2 显色剂的最佳配比实验 分别将显色剂A与B按2:1、1:1、1:2和1:3体积比混合并分别进行试验,从色阶的显著性看显色剂配比为1:3的十分不明显。而比例为2:1、1:1和1:2的则有一定的颜色梯度。再把用显色剂配比比例为2:1、1:2及1:1浸泡过的试纸用随机配制的不同浓度的亚硝酸根溶液显色,将各样品颜色与亚硝酸根含量分别为1.00、5.00、10.00和20.00mg L⁻¹亚硝酸根系列标准所显的颜色进行比较,得到不同的浓度区间。同时用国标方法精确测量亚硝酸根的浓度,结果见表1。

表1 不同体积比例显色剂测试范围(mg L⁻¹)

样品编号	精确浓度	2:1	1:1	1:2
		显示区间	显示区间	显示区间
(1)	2.7	1~5	1~5	0~1
(2)	5.1	1~5	1~5	1~5
(3)	7.6	1~5	5~10	1~5
(4)	13.2	5~10	10~20	10~20
(5)	18.9	10~20	10~20	10~20
(6)	21.7	10~20	>20	10~20
(7)	27.4	10~20	>20	>20

其中精确浓度的确定是使用国标方法计算得到

的:分别取亚硝酸根含量为1mg L⁻¹的标准工作液0、1.00、3.00、5.00、7.00和10.00mL加入到5个50mL比色管(或容量瓶)内,用水稀释至标线,然后加入国标显色剂1mL,密塞、摇匀、静置,此时,pH值应为1.8左右。加入显色剂之后的20~120min的时间内都可以在540nm的最大吸光度波长处用光程长10mm的比色皿,以实验用水做参比,测量溶液的吸光度。在大量实验中,选取一组实验测得数据作图,见图2。

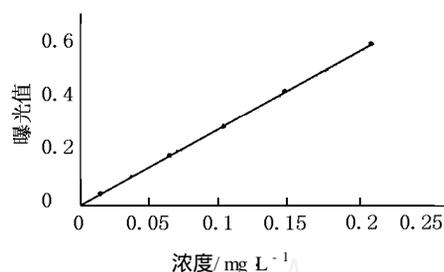


图2 吸光度与亚硝酸根浓度的关系曲线

由所得的线性方程及随机配制的不同浓度的亚硝酸根溶液的吸光度值就可以算出其精确的亚硝酸根含量。

实验结果显示,显色剂A与显色剂B的体积比为1:1时试纸的颜色所对应的浓度范围是与真实浓度符合的最好,多次重复实验结果表明,数据的重现性较好,最终确定显色剂A与显色剂B的体积比为1:1。用亚硝酸根系列显色,根据其各浓度所显的颜色深浅制作了标准比色卡片,见图3。

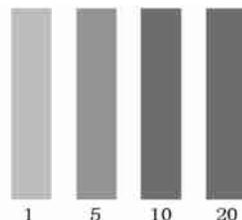


图3 标准比色卡片(mg L⁻¹)

国家颁布的部分食品亚硝酸根含量的指标见表2,实验用试纸对这些食品的亚硝酸根含量完全可以进行显色,可以用于食品检验。

表2 部分食品亚硝酸根含量的国家标准(mg L⁻¹)

品种	天然					
	矿泉水	饮用水	蔬菜	酱腌菜	肉类	罐头
含量	0.25	0.2	4	20	30	50

3 实验影响因素

3.1 浸泡时间的影响

通过改变浸泡时间来确定时间是否对显色剂的吸附量有影响,分别选取10、20、30、40、50、60、90min

和一周为浸泡时间,按照相同的干燥方法进行干燥,用 20mg L^{-1} 的纯亚硝酸根溶液检测。结果发现反应速度大体相同,试纸颜色也基本上一致。因此,显色时间确定为 20min。

3.2 试纸干燥环境的影响

湿润的试纸受到空气的氧化或发生光化学反应都会使其在还未干燥之前就先反应而变质,造成实验结果的误差,因此,试纸在真空恒温干燥器中 60 条件下 2h 左右即可完全干燥,且几乎没有粉色底色,实验检测效果较好。

3.3 其他离子的干扰^[6,7]

在光度分析中,体系内存在的干扰物质的影响有以下几种情况:

(1) 共存的离子如果有颜色,或者与显色剂作用生成有色的化合物,在测定的条件下也吸收;

(2) 在显色条件下,干扰的物质水解析出沉淀使溶液浑浊,致使吸光度的测定无法进行;

(3) 当待测的离子或显色剂形成更稳定的络合物,使显色反应进行不完全。

本实验中没有出现因沉淀使溶液混浊的现象,所以测定结果可靠。

对于在食品(尤其是液态的食品)和饮料中,含有钠离子(Na^+)、钾(K^+)、硫酸根离子(SO_4^{2-})、重碳酸根离子(HCO_3^-)、碳酸根离子(CO_3^{2-})和氯离子(Cl^-)等,对试纸的显色影响较小,可以忽略。但是含有硫代硫酸盐和氯胺对测定结果有一定的影响。

4 试纸精确性校验

4.1 试纸比色方法

亚硝酸根试纸的比色方法与实验室常用的 pH 试纸的使用方法类似。与 pH 试纸所不同的是:用亚硝酸根试纸测定所得到的浓度还需与国家食品标准浓度比较,才能判断出是否可以安全食用。由于对于不同食品中的亚硝酸根含量国家有不同的规定标准,所以在制作标准比色卡时还应该标注部分常

见食品的国家标准浓度以便于使用。

4.2 应用实验

实验研制的亚硝酸根试纸以腌制的酸菜为样品进行应用实验。随机抽取腌制不同时间 5、10 和 28d 的酸菜用试纸测定亚硝酸根的浓度范围分别为 1~5、5~10 和 1~5 mg L^{-1} 。与采用国标方法测定的亚硝酸根浓度范围相吻合。国家标准规定腌制酸菜的亚硝酸根含量为 4 mg L^{-1} 。此应用试验也表明我国民间有腌制酸菜在一个月以上方可食用是有一定科学依据的。

5 结论

(1) 定性中速滤纸为亚硝酸根试纸的纸类材料;

(2) 含有 4-氨基苯磺酰胺和 N-1-萘基乙二胺盐酸盐的显色剂 A 及含有 1:1 的 -萘胺溶液和对氨基苯磺酸溶液的混合物,按 1:1 混合后可以作为显色剂,并给出了合适的配比浓度,根据标准比色系列的颜色分布制作了比色卡片。

(3) 亚硝酸根试纸具有体积小、便于携带;检测方法十分简单;成本低廉,易于被人们接受;使用寿命长,保存方便等特点。

实际检测过程中还存在些干扰因素,有待进一步完善。

参 考 文 献

- [1] 邓熙,林秋奇,顾继光.广州市饮用水源中硝酸盐亚硝酸盐含量与癌症死亡率联系[J].生态科学,2004,23(1):38-41.
- [2] 彭仙娥,史习舜.食管癌病因学研究发展[J].肿瘤防治杂志,2003,12(9):897-899.
- [3] 奚旦立,孙裕生.环境监测[M].高等教育出版社,103-104.
- [4] 黄君礼.水分析化学[M].中国高等教育出版社,199-203.
- [5] 邢其毅,徐瑞秋,等.基础有机化学上下册(第二版)[M].中国高等教育出版社,663-669.
- [6] 韩志辉,吕昌银.吡啶红荧光猝灭法测定痕量亚硝酸根[J].中国卫生检验杂志,2004,14(3):287-288.
- [7] 魏敬,党文玲.亚硝酸盐测定方法的比较与分析[J].肉类工业,2004,(7):37-38.