

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.33—2008

代替 GB/T 5009.33—2003, GB/T 5413.32—1997, GB/T 15401—1994

食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

Determination of nitrite and nitrate in foods

2008-12-03 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.33—2003《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》、GB/T 5413.32—1997《乳粉硝酸盐、亚硝酸盐的测定》以及 GB/T 15401—1994《水果、蔬菜及其制品 亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.33—2003 相比主要修改如下：

——增加了亚硝酸盐和硝酸盐测定的离子色谱方法并作为第一法；

——对盐酸萘乙二胺法的试样前处理条件进行了修订。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准离子色谱法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草；江苏省疾病预防控制中心、上海市疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心参加起草。

本标准分光光度法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草。

本标准示波极谱法由华中师范大学、湖北省食品卫生监督检验所、武汉同济医科大学负责起草。

本标准离子色谱法主要起草人：吴永宁、张磊、赵云峰、周萍萍、马永建、汪国权、邵兵。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5009.33—1985、GB/T 5009.33—1996、GB/T 5009.33—2003；

——GB 5413—1985、GB/T 5413.32—1997；

——GB/T 15401—1994。

食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

1 范围

本标准规定了食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定方法。

本标准适用于食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定。

离子色谱法中亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为 0.4 mg/kg 和 0.8 mg/kg;分光光度法中亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为 1 mg/kg 和 1.4 mg/kg。

第一法 离子色谱法——亚硝酸盐和硝酸盐的测定

2 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后,采用相应的方法提取和纯化,以氢氧化钾溶液为淋洗液,阴离子交换柱分离,电导检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

3 试剂

- 3.1 超纯水:电阻率为 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。
- 3.2 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$:分析纯。
- 3.3 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$:分析纯。
- 3.4 硼酸钠 $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$:分析纯。
- 3.5 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。
- 3.6 乙酸锌溶液(220 g/L):称取 220.0 g 乙酸锌,先加 30 mL 冰乙酸溶解,用水稀释至 1 000 mL。
- 3.7 饱和硼砂溶液(50g/L):称取 5.0 g 硼酸钠,溶于 100 mL 热水,冷却后备用。
- 3.8 亚硝酸根离子(NO_2^-)标准溶液(100 mg/L,水基体)。
- 3.9 硝酸根离子(NO_3^-)标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。
- 3.10 亚硝酸盐(以 NO_2^- 计,下同)和硝酸盐(以 NO_3^- 计,下同)混合标准使用液:准确移取亚硝酸根离子(NO_2^-)和硝酸根离子(NO_3^-)的标准溶液各 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,此溶液 1 mL 含亚硝酸根离子 1.0 μg 和硝酸根离子 10.0 μg 。

4 仪器

- 4.1 离子色谱仪:包括电导检测器,配有抑制器,大容量阴离子交换柱,25 μL 定量环。
- 4.2 食物粉碎机。
- 4.3 超声波清洗器。
- 4.4 分析天平:感量 0.1 mg 和 1 mg。
- 4.5 离心机:转速不低于 10 000 r/min,配 5 mL 或 10 mL 离心管。
- 4.6 0.22 μm 水性滤膜针头滤器。
- 4.7 净化柱:包括 C_{18} 柱、Ag 柱和 Na 柱或等效柱。
- 4.8 注射器:1.0 mL、2.5 mL。

所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L 氢氧化钠和水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3 次~5 次,晾干备用。