

# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.33—××××

## 食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 (征求意见稿)

食品安全国家标准公开征求意见稿

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国家市场监督管理总局 发布

## 前 言

本标准代替GB 5009.33-2016 《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》。

本标准与GB 5009.33-2016 相比，主要变化如下：

——增加了连续流动分析- 分光光度法为第三法，调整原第三法 蔬菜、水果中硝酸盐的测定为第四法；

——增加了第一法婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、燕窝及其制品的提取方法；

——增加了第二法婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、特殊医学用途婴幼儿配方食品、特殊医学用途配方食品、燕窝及其制品的提取方法和脱色步骤；

——修改了第二法标准溶液的配制方法和还原效率的计算方法；

——修改了方法的检出限和定量限。

食品安全国家标准公开征求意见

# 食品安全国家标准

## 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。

本标准第一法适用于食品（特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品除外）中亚硝酸盐和硝酸盐的测定。

本标准第二法和第三法适用于食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定。

本标准第四法适用于新鲜蔬菜、水果中硝酸盐的测定。

#### 第一法 离子色谱法

### 2 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后，经提取和净化，以氢氧化钾溶液为淋洗液，阴离子交换柱分离，电导检测器或紫外检测器检测。以保留时间定性，外标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

#### 3.1 试剂

3.1.1 乙酸（ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ）：色谱纯。

3.1.2 氢氧化钾（ $\text{KOH}$ ）。

3.1.3  $\alpha$ -淀粉酶：酶活力 $\geq 1.5$  U/mg。

#### 3.2 试剂配制

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

3.2.2 氢氧化钾溶液（1 mol/L）：称取5.6 g氢氧化钾，加入新煮沸过的冷水溶解，稀释至100 mL，混匀。

#### 3.3 标准品

3.3.1 亚硝酸钠标准品（ $\text{NaNO}_2$ ，CAS号：7632-00-0）：纯度 $\geq 99\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的亚硝酸盐标准溶液。

3.3.2 硝酸钠标准品（ $\text{NaNO}_3$ ，CAS号：7631-99-4）：纯度 $\geq 99\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的硝酸盐标准溶液。

#### 3.4 标准溶液的制备

3.4.1 亚硝酸盐标准储备液（100 mg/L，以 $\text{NO}_2^-$ 计，下同）：准确称取0.150 0 g于110  $^{\circ}\text{C}$ ~120  $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的亚硝酸钠，用水溶解并转移至1 000 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，于0  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存，有效期为3个月。

3.4.2 硝酸盐标准储备液(1 000 mg/L,以 $\text{NO}_3^-$ 计,下同):准确称取1.371 0 g于110 °C~120 °C干燥至恒重的硝酸钠,用水溶解并转移至1 000 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,于0 °C~4 °C冰箱保存。有效期为3个月。

3.4.3 亚硝酸盐和硝酸盐混合标准中间液:准确移取亚硝酸根离子( $\text{NO}_2^-$ )和硝酸根离子( $\text{NO}_3^-$ )的标准储备液各1.0 mL于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液每升含亚硝酸根离子1.0 mg和硝酸根离子10.0 mg。临用现配。

3.4.4 亚硝酸盐和硝酸盐混合标准使用液:移取亚硝酸盐和硝酸盐混合标准中间液,加水逐级稀释,制成系列标准溶液,亚硝酸根离子浓度分别为0.010 mg/L、0.020 mg/L、0.050 mg/L、0.10 mg/L和0.20 mg/L;硝酸根离子浓度分别为0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L和2.0 mg/L。临用现配。

### 3.5 材料

3.5.1 0.22  $\mu\text{m}$ 水性滤膜针头滤器。

3.5.2 净化柱: $\text{C}_{18}$ 柱、Ag柱和Na柱或等效柱,柱子容量2.0 meq~2.2 meq。固相萃取柱使用前需进行活化, $\text{C}_{18}$ 柱(1.0 mL)、Ag柱(1.0 mL)和Na柱(1.0 mL),其活化过程为: $\text{C}_{18}$ 柱(1.0 mL)使用前依次用10 mL甲醇、15 mL水通过,静置活化30 min;Ag柱(1.0 mL)和Na柱(1.0 mL)用10 mL水通过,静置活化30 min。

## 4 仪器和设备

4.1 离子色谱仪:配有电导检测器及抑制器,或紫外检测器。

4.2 食物粉碎机。

4.3 超声波清洗器。

4.4 分析天平:感量为0.1 mg和0.01 g。

4.5 离心机:转速 $\geq 10\ 000$  r/min,配50 mL离心管。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

5.1.1 蔬菜、水果:将新鲜蔬菜、水果试样用自来水洗净后,用水冲洗,晾干后,取可食部切碎混匀。将切碎的样品用四分法取适量,用食物粉碎机制成匀浆,备用。如需加水应记录加水量。

5.1.2 乳粉、豆奶粉、婴儿配方粉等固态乳制品(不包括干酪):将试样装入能够容纳2倍试样体积的带盖容器中,通过反复摇晃和颠倒容器使样品充分混匀直到使试样均一化。

5.1.3 发酵乳、乳、炼乳及其他液体乳制品:通过搅拌或反复摇晃和颠倒容器使试样充分混匀。

5.1.4 干酪:取适量的样品研磨成均匀的泥浆状。为避免水分损失,研磨过程中应避免产生过多的热量。

5.1.5 燕窝及燕窝制品:除去可见杂质后,取可食用部分粉碎均匀或制成匀浆,备用。

5.1.6 米粉、粮食及其他植物性样品:除去可见杂质后,取有代表性试样50 g~100 g,粉碎至均匀粉末或制成匀浆,备用。

5.1.7 肉类、蛋、水产及其他动物性样品:取可食部分,粉碎至均匀粉末或制成匀浆,备用。

### 5.2 试样提取

5.2.1 新鲜蔬菜、水果等植物性试样:称取试样5 g(精确至0.01 g,可适当调整试样的取样量,

以下相同),置于150 mL具塞锥形瓶中,加入80 mL水,1 mL 1 mol/L氢氧化钾溶液,超声提取30 min,每隔5 min振摇1次,保持固相完全分散。于75 °C水浴中放置5 min,取出放置至室温,定量转移至100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。溶液经滤纸过滤后,取部分溶液于10 000 r/min离心15 min,上清液备用。

5.2.2 肉类、蛋、水产及其制品等:称取腌鱼类、腌肉类及其他腌制品试样2 g,其他试样5 g(精确至0.01g),置于150 mL具塞锥形瓶中,加入80 mL水,超声提取30 min,每隔5 min振摇1次,保持固相完全分散。于75 °C水浴中放置5 min,取出放置至室温,定量转移至100mL容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。溶液经滤纸过滤后,取部分溶液于10 000 r/min离心15 min,上清液备用。

5.2.3 乳、乳粉及干酪:称取液体试样10 g、固体试样2.5 g(精确至0.01 g),置于150 mL具塞锥形瓶中,加水80 mL,摇匀,超声30 min,取出放置至室温,定量转移至100 mL容量瓶中,加入3%乙酸溶液2 mL,加水稀释至刻度,混匀。于4 °C放置20 min,取出放置至室温,溶液经滤纸过滤,滤液备用。

5.2.4 婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品:称取试样2.5 g(精确至0.01 g),置于150 mL具塞锥形瓶中,加入 $\alpha$ -淀粉酶0.2 g,加水80 mL,摇匀,于55 °C下酶解30 min。取出放置至室温,定量转移至100 mL容量瓶中,加入3%乙酸溶液2 mL,加水稀释至刻度,混匀。于4 °C放置20 min,取出放置至室温,溶液经滤纸过滤,滤液备用。

5.2.5 燕窝及燕窝制品:称取干燕窝试样1 g(精确至0.01 g),燕窝制品2 g(精确至0.01 g),置于150 mL具塞锥形瓶中,加水80 mL,摇匀,于沸水浴中加热15 min,取出放置至室温,定量转移至100 mL容量瓶中,加入3%乙酸溶液2 mL,加水稀释至刻度,混匀。于4 °C放置20 min,取出放置至室温,溶液经滤纸过滤,滤液备用。

5.2.6 其他:称取试样5.0 g(精确至0.01 g),置于150 mL具塞锥形瓶中,加水80 mL,摇匀,超声30 min,取出放置至室温,定量转移至100 mL容量瓶中,加入3%乙酸溶液2 mL,加水稀释至刻度,混匀。于4 °C放置20 min,取出放置至室温,溶液经滤纸过滤,滤液备用。

注:对不同淀粉含量的试样,可适当增减淀粉酶的用量,以保证滤液澄清。

### 5.3 试样净化

5.3.1 取5.2.1~5.2.6备用溶液约15 mL,通过0.22  $\mu$ m水性滤膜针头滤器、经活化处理的 $C_{18}$ 柱,弃去前面3 mL(如果氯离子大于100 mg/L或目标物有干扰时,则需要依次通过针头滤器、经活化处理的 $C_{18}$ 柱、Ag柱和Na柱,弃去前面7 mL),收集后面洗脱液待测。

### 5.4 空白试验

空白采用试验用水代替试样,按5.2.1~5.2.6相应步骤操作。

### 5.5 仪器参考条件

5.5.1 色谱柱:具有氢氧化物选择性,可兼容梯度洗脱的二乙烯基苯-乙基苯乙烯共聚物基质,烷醇基季铵盐功能团的高容量阴离子交换柱,4 mm $\times$ 250 mm(带保护柱4 mm $\times$ 50 mm),或性能相当的离子色谱柱。

#### 5.5.2 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 30 min,70 mmol/L 5 min,6 mmol/L 5 min;流速1.0 mL/min。

当色谱存在干扰时可选用以下淋洗方式:

氢氧化钾溶液,浓度为5 mmol/L~50 mmol/L;洗脱梯度为5 mmol/L 33 min,50 mmol/L 5 min,5 mmol/L 5 min;流速1.3 mL/min。

5.5.3 检测器:电导检测器,检测池温度为35 °C;或紫外检测器,检测波长为226 nm。

5.5.4 进样体积：50 μL（可根据试样中被测离子含量进行调整）。

## 5.6 测定

### 5.6.1 标准曲线的制作

将标准系列使用液分别注入离子色谱仪中（标准色谱图见附录A中图A.1），以标准使用液的浓度为横坐标，以峰高或峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

### 5.6.2 试样溶液的测定

将空白和试样溶液注入离子色谱仪中，得到空白和试样溶液的峰高或峰面积，根据标准曲线得到待测液中亚硝酸根离子或硝酸根离子的浓度。

## 6 分析结果的表述

试样中亚硝酸根离子或硝酸根离子的含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $X$  —— 试样中亚硝酸根离子或硝酸根离子的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；  
 $\rho$  —— 测定用试样溶液中的亚硝酸根离子或硝酸根离子浓度，单位为毫克每升（mg/L）；  
 $\rho_0$  —— 空白液中亚硝酸根离子或硝酸根离子浓度，单位为毫克每升（mg/L）；  
 $V$  —— 试样溶液体积，单位为毫升（mL）；  
 $f$  —— 试样溶液稀释倍数；  
 $1000$  —— 换算系数。  
 $m$  —— 试样取样量，单位为克（g）。

试样中测得的亚硝酸根离子含量乘以换算系数1.5，即得亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）含量；试样中测得的硝酸根离子含量乘以换算系数1.37，即得硝酸盐（以硝酸钠计）含量。

结果保留2位有效数字。

## 7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

## 8 其他

亚硝酸盐检出限：腌鱼类、腌肉类及其他腌制品、燕窝制品 0.25 mg/kg，乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品 0.2 mg/kg，液体乳 0.05 mg/kg，干燕窝 0.5 mg/kg，新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品 0.1 mg/kg；亚硝酸盐定量限：腌鱼类、腌肉类及其他腌制品、燕窝制品 0.5 mg/kg，乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品 0.4 mg/kg，液体乳 0.1 mg/kg，干燕窝 1 mg/kg，新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品 0.2 mg/kg。

硝酸盐检出限：腌鱼类、腌肉类及其他腌制品、燕窝制品 0.5 mg/kg，乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品 0.4 mg/kg，新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品 0.2 mg/kg，液体乳 0.1 mg/kg，干燕窝 1 mg/kg；硝酸盐定量限：腌鱼类、腌肉类

及其他腌制品、燕窝制品 1 mg/kg, 乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品 0.8 mg/kg, 液体乳 0.2 mg/kg, 干燕窝 2 mg/kg, 新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品 0.4 mg/kg。

## 第二法 分光光度法

### 9 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后, 在弱酸条件下亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后, 再与盐酸萘乙二胺偶合形成紫红色化合物, 测得亚硝酸盐含量。采用镉柱将硝酸盐还原成亚硝酸盐, 测得亚硝酸盐总量, 由此总量减去亚硝酸盐含量, 即得试样中硝酸盐含量。

### 10 试剂和材料

除非另有规定, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为GB/T 6682 规定的三级水。

#### 10.1 试剂

10.1.1 三水亚铁氰化钾 ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ )。

10.1.2 二水乙酸锌 ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ )。

10.1.3 乙酸 ( $CH_3COOH$ )。

10.1.4 十水硼酸钠 ( $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ )。

10.1.5 盐酸 ( $HCl$ ,  $\rho=1.19$  g/mL)。

10.1.6 氨水 ( $NH_3 \cdot H_2O$ , 25%)。

10.1.7 对氨基苯磺酸 ( $C_6H_7NO_3S$ )。

10.1.8 盐酸萘乙二胺 ( $C_{12}H_{14}N_2 \cdot 2HCl$ )。

10.1.9 淀粉酶 (酶活力  $\geq 2000$  U/g)。

#### 10.2 试剂配制

10.2.1 亚铁氰化钾溶液 (106 g/L): 称取 106 g 三水亚铁氰化钾, 加水溶解并稀释至 1 000 mL。

10.2.2 乙酸锌溶液 (220 g/L): 称取 220 g 二水乙酸锌, 加 30 mL 冰乙酸溶解, 再用水稀释至 1 000 mL。

10.2.3 饱和硼酸钠溶液 (50 g/L): 称取 5 g 十水硼酸钠, 加热水溶解, 冷却后稀释至 100 mL 备用。

10.2.4 氨缓冲溶液 (pH 9.6~9.7): 量取 30 mL 盐酸, 加 100 mL 水, 混匀后加 65 mL 氨水, 再加水稀释至 1 000 mL, 混匀调 pH 至 9.6~9.7。该溶液避光保存。

10.2.5 氨缓冲液稀释液: 量取 50 mL 氨缓冲溶液, 加水稀释至 500 mL, 混匀。该溶液临用现配。

10.2.6 盐酸溶液 (0.1 mol/L): 移取 8.3 mL 盐酸, 加水稀释至 1 000 mL。

10.2.7 盐酸溶液 (2 mol/L): 量取 167 mL 盐酸, 加水稀释至 1 000 mL。

10.2.8 盐酸溶液 (20%): 量取 20 mL 盐酸, 加水稀释至 100 mL。

10.2.9 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 盐酸溶液 (20%) 中, 置棕色瓶中, 2 °C~8 °C 避光保存, 有效期 1 个月。

10.2.10 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, 置棕色瓶中, 2 °C~8 °C 避光保存, 有效期 1 个月。

10.2.11 乙酸溶液 (3%): 同 3.2.1。

#### 10.3 标准品

10.3.1 亚硝酸钠标准品 ( $\text{NaNO}_2$ , CAS 号: 7632-00-0): 同 3.3.1。

10.3.2 硝酸盐标准品 ( $\text{NaNO}_3$ , CAS 号: 7631-99-4): 同 3.3.2。

#### 10.4 标准溶液配制

10.4.1 亚硝酸盐标准储备液 (200 mg/L, 以亚硝酸钠计, 下同): 准确称取 0.100 0 g 于 110 °C~120 °C 干燥恒重的亚硝酸钠标准品, 用水溶解, 移入 500 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度。于 0 °C~4 °C 冰箱保存, 有效期为 3 个月。

10.4.2 硝酸盐标准储备液 (200 mg/L, 以硝酸钠计, 下同): 准确称取 0.100 0 g 于 110 °C~120 °C 干燥恒重的硝酸钠标准品, 用水溶解, 移入 500 mL 容量瓶中, 加水并稀释至刻度。于 0 °C~4 °C 冰箱避光保存, 有效期为 3 个月。

10.4.3 亚硝酸盐标准使用液 (5.0 mg/L): 吸取 2.50 mL 亚硝酸盐标准储备液于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度。临用现配。

10.4.4 硝酸盐标准使用液 (5.0 mg/L): 吸取 2.50 mL 硝酸盐标准储备液于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度。临用现配。

#### 10.5 材料

10.5.1 椰子壳活性炭固相萃取柱 (2g)。

### 11 仪器和设备

11.1 分析天平: 感量 0.1 mg 和 0.01 g。

11.2 组织捣碎机或研磨仪。

11.3 超声波清洗器。

11.4 恒温干燥箱: 控温精度  $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

11.5 恒温水浴锅。

11.6 分光光度计。

11.7 镉柱装置: 镉柱装置中可以填充商品化镉粒, 也可以按附录 B 方法制备镉粒。镉柱还原效率的测定按附录 C 方法执行。

### 12 分析步骤

#### 12.1 试样制备

12.1.1 固体特殊医学用途配方食品: 将试样装入能够容纳 2 倍试样体积的带盖容器中, 通过反复摇晃和颠倒容器使样品充分混匀直到使试样均一化。

12.1.2 液体特殊医学用途配方食品: 通过搅拌、反复摇晃或颠倒容器使试样充分混匀。

12.1.3 其他食品同 5.1。

#### 12.2 提取

12.2.1 干酪: 称取试样 2.5 g (精确至 0.01 g), 置于 150 mL 具塞锥形瓶中, 加水 80 mL, 摇匀, 超声 30 min, 取出放置至室温, 定量转移至 100 mL 容量瓶中, 加入 3% 乙酸溶液 2 mL, 加水稀释至刻度, 混匀。于 4 °C 放置 20 min, 取出放置至室温, 溶液经滤纸过滤, 滤液备用。

12.2.2 液体乳: 称取试样 90 g (精确至 0.01 g), 置于 250 mL 具塞锥形瓶中, 加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液, 加入 70 °C 左右的水约 60 mL, 混匀, 于沸水浴中加热 15 min, 取出置冷水浴中冷却, 并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 106 g/L 亚

铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 mL 220 g/L 乙酸锌溶液，以沉淀蛋白质。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 30 mL，滤液备用。

12.2.3 乳粉：称取试样 10 g（精确至 0.01 g），置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液，加入 70 °C 左右的水约 150 mL，混匀，于沸水浴中加热 15 min，取出置冷水浴中冷却，并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 mL 220 g/L 乙酸锌溶液，以沉淀蛋白质。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 30 mL，滤液备用。

12.2.4 特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品：称取试样 10 g（精确至 0.01 g），置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液，加入 70 °C 左右的水约 150 mL，混匀，于沸水浴中加热 15 min，取出置冷水浴中冷却，并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 mL 220 g/L 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 30 mL，取适量滤液通过椰子壳活性炭固相萃取柱，净化后的滤液备用。

12.2.5 婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品：称取试样 5 g（精确至 0.01 g），置于 150 mL 具塞锥形瓶中，加入 0.5 g 淀粉酶，加入 60 mL 水，混匀，置于 60 °C 水浴锅保温 15 min 后，加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液，再于沸水浴中加热 15 min，取出置冷水浴中冷却，并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 mL 220 g/L 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 30 mL，滤液备用。

12.2.6 燕窝及燕窝制品：称取干燕窝试样 2.5g（精确至 0.01 g），燕窝制品 5.0g（精确至 0.01 g），置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液，加入 70 °C 左右的水约 150 mL，混匀，于沸水浴中加热 15 min，取出置冷水浴中冷却，并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 mL 220 g/L 乙酸锌溶液，以沉淀蛋白质。加水至刻度，摇匀，上清液用滤纸过滤，弃去初滤液 30 mL，滤液备用。

12.2.7 其他样品：称取 5 g（精确至 0.01 g）试样，置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液，加入 70 °C 左右的水约 150 mL，混匀，于沸水浴中加热 15 min，取出置冷水浴中冷却，并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中，加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化钾溶液，摇匀，再加入 5 mL 220 g/L 乙酸锌溶液，以沉淀蛋白质。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 30 mL，滤液备用。

12.2.8 空白采用试验用水代替试样，按 12.2.1~12.2.7 相应步骤操作。

注1：当出现上清液不透明时，可调整加入亚铁氰化钾溶液和乙酸锌溶液的体积；当试样的浊度或色度对检测结果有干扰时，可用椰子壳活性炭固相萃取柱净化滤液。

注2：对不同淀粉含量的试样，可适当增减淀粉酶的用量，以保证滤液澄清。

### 12.3 亚硝酸盐的测定

吸取 40.0 mL 上述滤液于 50 mL 带塞比色管中。另吸取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL 和 2.5 mL 亚硝酸钠标准使用液（5.0 mg/L），分别置于 50 mL 带塞比色管中，加水至 40 mL。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 3 min~5 min，各加入 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液，加水至刻度，混匀，标准管浓度分别为 0.0 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L、0.15 mg/L、0.20 mg/L 和 0.25 mg/L，静置 15 min，用 1 cm 比色皿，以标准溶液第一点（0.0 mg/L 亚硝酸钠）调节零点，于波长 538 nm 处测吸光度，绘制标准曲线。试样管以试剂空白调节零点，测定吸光度。

### 12.4 硝酸盐的测定

### 12.4.1 镉柱还原

12.4.1.1 先以25 mL氨缓冲液稀释液冲洗镉柱，流速控制在3 mL/min~5 mL/min（以滴定管代替的可控制在2 mL/min~3 mL/min）。

12.4.1.2 吸取20.0 mL滤液于50 mL烧杯中，加10 mL pH 9.6~9.7氨缓冲溶液，混合后注入贮液漏斗，使流经镉柱还原，当贮液杯中的样液流尽后，加10 mL水冲洗烧杯，再倒入贮液杯中。冲洗水流完后，再用15 mL水重复1次。当第2次冲洗水快流尽时，将贮液杯装满水，以最大流速过柱。当容量瓶中的洗提液接近100 mL时，取出容量瓶，用水定容刻度，混匀。

### 12.4.2 亚硝酸盐总量的测定

吸取10 mL~20 mL还原后的样液于50 mL比色管中。以下按12.3自“吸取0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.0 mL……”起操作。

注：若试样的亚硝酸盐含量或硝酸盐含量超出标准曲线的检测范围，应进行稀释后再测定。

## 13 分析结果的表述

### 13.1 亚硝酸盐含量计算

亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量按式（2）进行计算。

$$X_1 = \frac{\rho_1 \times 1000 \times V \times f_1}{m_1 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $X_1$  —— 试样中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho_1$  —— 测定用样液中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- 1000 —— 转换系数；
- $m_1$  —— 试样质量，单位为克（g）；
- $V_1$  —— 测定用样液体积，单位为毫升（mL）；
- $V_0$  —— 试样处理液总体积，单位为毫升（mL）；
- $f_1$  —— 试样溶液稀释倍数。
- $V$  —— 测定用样液定容体积，单位为毫升（mL）。

结果保留2位有效数字。

### 13.2 硝酸盐含量的计算

硝酸盐（以硝酸钠计）的含量按式（3）进行计算。

$$X_2 = \left( \frac{\rho_2 \times 1000 \times V \times f_2}{m_2 \times \frac{V_3}{V_2} \times \frac{V_5}{V_4} \times 1000} - X_1 \right) \times 1.232 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $X_2$  —— 试样中硝酸盐（以硝酸钠计）的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho_2$  —— 经镉柱还原后测得亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）总量的的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- 1000 —— 转换系数；
- $f_2$  —— 试样溶液稀释倍数；
- $m_2$  —— 试样的质量，单位为克（g）；

- $V_3$  ——测亚硝酸盐总量的测定用样液体积，单位为毫升（mL）；
- $V_2$  ——试样处理液总体积，单位为毫升（mL）；
- $V_4$  ——经镉柱还原后样液总体积，单位为毫升（mL）；
- $V_5$  ——经镉柱还原后样液的测定用体积，单位为毫升（mL）；
- $X_1$  ——由式（3）计算出的试样中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- 1.232 ——亚硝酸钠换算成硝酸钠的系数。
- $V$  ——测定用样液定容体积，单位为毫升（mL）。

结果保留2位有效数字。

#### 14 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

#### 15 其他

亚硝酸盐检出限：液体乳 0.020 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 0.15 mg/kg，干燕窝 0.60 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他样品 0.30 mg/kg；亚硝酸盐定量限：液体乳 0.060 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 0.50 mg/kg，干燕窝 2.0 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、燕窝制品及其他样品 1.0 mg/kg。

硝酸盐检出限：液体乳 0.20 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 1.5 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他样品 3.0 mg/kg，干燕窝 6.0 mg/kg；硝酸盐定量限：液体乳 0.60 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 5.0 mg/kg，干燕窝 20 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他 10 mg/kg。

### 第三法 连续流动分析-分光光度法

#### 16 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后，在弱酸条件下，试样溶液经连续流动分析仪，通过膜分离器分离，亚硝酸盐与磺胺重氮化后，再与盐酸萘乙二胺偶合形成紫红色化合物，在540 nm处比色测得亚硝酸盐含量；硝酸盐通过镉（如镉柱或镉圈等）还原成亚硝酸盐，进一步测得亚硝酸盐总量，由测得的亚硝酸盐总量减去试样中亚硝酸盐含量，即得试样中硝酸盐含量。

#### 17 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为分析纯及以上，水为GB/T 6682 规定的三级水。

##### 17.1 试剂

- 17.1.1 三水亚铁氰化钾（ $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ）。
- 17.1.2 二水乙酸锌（ $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ）。
- 17.1.3 冰乙酸（ $CH_3COOH$ ）。
- 17.1.4 十水硼酸钠（ $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ）。
- 17.1.5 聚氧乙烯月桂醚（ $C_{58}H_{118}O_{24}$ ）。

- 17.1.6 氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )。
- 17.1.7 乙二胺四乙酸二钠 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 17.1.8 氨水:  $\rho(\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O})=0.90\text{ g/mL}$ 。
- 17.1.9 磷酸:  $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4)=1.69\text{ g/mL}$ 。
- 17.1.10 磺胺 ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ )。
- 17.1.11 盐酸萘乙二胺 ( $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\cdot 2\text{HCl}$ )。
- 17.1.12 淀粉酶 (酶活力 $\geq 2\ 000\text{ U/g}$ )。
- 17.1.13 还原镉粒或隔圈等。

## 17.2 试剂配制

- 17.2.1 亚铁氰化钾溶液 (106 g/L): 同10.2.1。
- 17.2.2 乙酸锌溶液 (220 g/L): 同10.2.2。
- 17.2.3 饱和硼酸钠溶液 (50 g/L): 同10.2.3。
- 17.2.4 乙酸溶液 (3%): 同3.2.1。
- 17.2.5 聚氧乙烯月桂醚溶液 (30%): 称取30 g聚氧乙烯月桂醚, 溶于100 mL水中。
- 17.2.6 氯化铵缓冲溶液 (R1): 称取85 g氯化铵和1.0 g乙二胺四乙酸二钠溶于800 mL水中, 混合均匀, 用氨水调节pH至 $8.5\pm 0.1$ , 用水定容至1 000 mL, 再加入1 mL Brij-35溶液 (仅在使用连续流动分析仪检测时需要加入聚氧乙烯月桂醚溶液)。该溶液于 $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱避光保存。有效期一周。
- 17.2.7 磺胺显色液 (R2): 将100 mL磷酸加入到600 mL水中, 放置冷却至室温, 再加入10.0 g磺胺和1.0 g盐酸萘乙二胺, 搅拌至全部溶解, 用水定容至1 000 mL。于 $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱避光保存。有效期一周。

## 17.3 标准品

- 17.3.1 亚硝酸钠 ( $\text{NaNO}_2$ , CAS号: 7632-00-0): 同3.3.1。
- 17.3.2 硝酸钠 ( $\text{NaNO}_3$ , CAS号: 7631-99-4): 同3.3.1。

## 17.4 标准溶液配制

- 17.4.1 亚硝酸盐标准储备液 (200  $\mu\text{g/mL}$ , 以亚硝酸钠计, 下同): 同10.4.1。
- 17.4.2 硝酸盐标准储备液 (200  $\mu\text{g/mL}$ , 以硝酸钠计, 下同): 同10.4.2。
- 17.4.3 亚硝酸盐标准中间液 (5.0  $\mu\text{g/mL}$ ): 吸取亚硝酸盐标准储备液2.5 mL, 置于100 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度。临用现配。
- 17.4.4 硝酸盐标准中间液 (5.0  $\mu\text{g/mL}$ ): 吸取硝酸盐标准储备液5.0 mL, 置于200 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度。临用现配。
- 17.4.5 亚硝酸盐标准使用液: 吸取0.0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL和10 mL亚硝酸盐标准中间液 (5.0  $\mu\text{g/mL}$ ), 分别置于50 mL带塞比色管中并加水稀释至50 mL, 亚硝酸盐 (以亚硝酸钠计) 的浓度分别为0.0 mg/L、0.025 mg/L、0.050 mg/L、0.10 mg/L、0.30 mg/L、0.50 mg/L和1.0 mg/L。临用现配。
- 17.4.6 硝酸盐标准使用液: 吸取0.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10 mL、15 mL、25 mL和50 mL硝酸盐标准中间液 (5.0  $\mu\text{g/mL}$ ), 分别置于50 mL带塞比色管中并加水稀释至50 mL, 硝酸盐 (以硝酸钠计) 的浓度分别为0.0 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、1.5 mg/L、2.5 mg/L和5.0 mg/L。临用现配。

## 18 仪器和设备

18.1 连续流动分析仪：配化学反应单元、540 nm 比色检测器、自动进样器、多通道蠕动泵、数据处理系统。

18.2 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。

18.3 组织捣碎机。

18.4 超声波清洗器。

18.5 恒温干燥箱。

## 19 分析步骤

### 19.1 试样的预处理

同12.1。

### 19.2 提取

除滤液无需通过椰子壳活性炭固相萃取柱净化外，其他操作同12.2。

### 19.3 测定

参考仪器说明书，开机，调整流路系统，输入系统参数，确定分析条件，并将工作条件调整至测亚硝酸盐和（或）硝酸盐的最佳测定状态。仪器参考条件见表1。流路系统稳定后，依次测定标准系列及试样。

表1 连续流动分析仪的参考测试参数

自动进样器	蠕动泵	流路系统	数据处理系统
初始化正常	转动平稳	无泄漏，试剂流动平稳	基线平直

#### 19.3.1 标准曲线的绘制

将标准使用液分别置于样品杯中，由进样器按程序依次取样、测定。以测定信号值（峰高）为纵坐标，对应的亚硝酸盐质量浓度（以亚硝酸钠计，mg/L）或硝酸盐质量浓度（以硝酸钠计，mg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

#### 19.3.2 试样溶液的测定

调整仪器使其进入可测试状态，将样品编号或名称输入样品列表，并适当设置曲线重校点和清洗点（一般每10个样品重校一次）。将试剂空白和试样溶液放入样品列表中所对应的自动进样器位置上，按照与绘制标准曲线相同的仪器条件进行测定，得到试剂空白和试样溶液的信号值（峰高），根据标准曲线得到待测液中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）或硝酸盐（以硝酸钠计）的浓度。

#### 19.3.3 镉还原能力检验

根据不同品牌的连续流动分析仪的相关要求进行操作，例如可在每批次样品检测后再次检测同一浓度的硝酸盐标准使用液（17.4.6），如果硝酸盐含量降低10%以上，则需更换镉（镉柱或隔圈等）。

#### 19.3.4 镉活化再生步骤

不同品牌的连续流动分析仪可按照相关要求活化再生。

注：若试样的亚硝酸盐含量或硝酸盐含量超出标准曲线的检测范围，应进行稀释后再测定。

## 20 分析结果的表述

## 20.1 亚硝酸盐含量计算

亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量按式（4）进行计算：

$$X_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times f_1 \times 1000}{m_1 \times 1000} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $X_1$  ——试样中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho_1$  ——测定用试样溶液中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $\rho_0$  ——空白液中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $m_1$  ——试样质量，单位为克（g）；
- $V_1$  ——试样溶液体积，单位为毫升（mL）；
- $f_1$  ——试样溶液稀释倍数；
- 1 000 ——换算系数。

结果保留2位有效数字。

## 20.2 硝酸盐含量的计算

硝酸盐（以硝酸钠计）的含量按式（5）进行计算：

$$X_2 = \frac{(\rho_3 - \rho_2) \times V_2 \times f_2 \times 1000}{m_2 \times 1000} - X_1 \times 1.232 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $X_2$  ——试样中硝酸盐（以硝酸钠计）的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho_3$  ——经镉还原后试样溶液中总硝酸盐（以硝酸钠计）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $\rho_2$  ——经镉还原后试剂空白液中总硝酸盐（以硝酸钠计）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $m_2$  ——试样质量，单位为克（g）；
- $V_2$  ——试样溶液体积，单位为毫升（mL）；
- $f_2$  ——试样溶液稀释倍数；
- 1 000 ——换算系数；
- 1.232 ——亚硝酸钠换算成硝酸钠的系数；
- $X_1$  ——由式（4）计算出试样中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量，单位为毫克每升（mg/L）。

结果保留2位有效数字。

## 21 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

## 22 其他

亚硝酸盐检出限：液体乳 0.020 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 0.15 mg/kg，干燕窝 0.60 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他样品 0.30 mg/kg；亚硝酸盐定量限：液体乳 0.060 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 0.50 mg/kg，干燕窝 2.0 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、燕窝制品及其他样品 1.0 mg/kg。

硝酸盐检出限：液体乳 0.20 mg/kg，乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 1.5 mg/kg，干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其

他样品 3.0 mg/kg, 干燕窝 6.0 mg/kg; 硝酸盐定量限: 液体乳 0.60 mg/kg, 乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 5.0 mg/kg, 干燕窝 20 mg/kg, 干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他 10 mg/kg。

#### 第四法 蔬菜、水果中硝酸盐的测定

### 23 原理

用pH9.6~9.7的氨缓冲液提取样品中硝酸根离子,同时加活性炭去除色素类物质,加沉淀剂去除蛋白质及其他干扰物质,利用硝酸根离子和亚硝酸根离子在紫外区219 nm处具有等吸收波长的特性,测定提取液的吸光度,其测得结果为硝酸盐和亚硝酸盐吸光度的总和。鉴于新鲜蔬菜、水果中亚硝酸盐含量甚微,可忽略不计,测定结果可作为硝酸盐的吸光度,再从工作曲线上查得相应的质量浓度,计算样品中硝酸盐的含量。

### 24 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

#### 24.1 试剂

24.1.1 盐酸(HCl,  $\rho=1.19$  g/mL)。

24.1.2 氨水(NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O, 25%)。

24.1.3 三水亚铁氰化钾[K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>·3H<sub>2</sub>O]。

24.1.4 七水硫酸锌(ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O)。

24.1.5 正辛醇(C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>O)。

#### 24.2 试剂配制

24.2.1 氨缓冲溶液(pH=9.6~9.7):量取20 mL盐酸,加入到500 mL水中,混合后加入50 mL氨水,用水定容至1 000 mL。调pH至9.6~9.7。

24.2.2 亚铁氰化钾溶液(150 g/L):称取150 g三水亚铁氰化钾溶于水,定容至1 000 mL。

24.2.3 硫酸锌溶液(300 g/L):称取300 g七水硫酸锌溶于水,定容至1 000 mL。

注:此溶液应少量配制,装于密封的棕色瓶中,冰箱中2℃~5℃保存。

#### 24.3 标准品

24.3.1 硝酸钾(KNO<sub>3</sub>, CAS号:7757-79-1):纯度≥99%,或经国家认证并授予标准物质证书的硝酸盐标准溶液。

#### 24.4 标准溶液配制

24.4.1 硝酸盐标准储备液(500 mg/L,以硝酸根计,下同):称取0.203 9 g于110℃~120℃干燥至恒重的硝酸钾,用水溶解并转移至250 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液硝酸根质量浓度为500 mg/L,于冰箱内保存,有效期为3个月。

24.4.2 硝酸盐标准曲线工作液:分别吸取0.0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.0 mL和1.2 mL硝酸盐标准储备液于50 mL容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。此标准系列溶液硝酸根质量浓度分别为0.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、10 mg/L和12 mg/L。

#### 24.5 材料

24.5.1 活性炭(粉状)。

### 25 仪器和设备

25.1 紫外分光光度计。

25.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.01 g。

25.3 组织捣碎机。

25.4 可调式往返振荡机。

25.5 pH 计：精度为 0.01。

## 26 分析步骤

### 26.1 试样制备

选取一定数量有代表性的样品，先用自来水冲洗，再用水清洗干净，晾干表面水分，用四分法取样，切碎，充分混匀，于组织捣碎机中匀浆（部分少汁样品可按一定质量比例加入等量水），在匀浆中加 1 滴正辛醇消除泡沫。

### 26.2 提取

称取 10 g（精确至 0.01 g）匀浆试样（如制备过程中加水，应按加水量折算）于 250 mL 锥形瓶中，加水 100 mL，加入 5 mL 氨缓冲溶液（pH=9.6~9.7），2 g 粉末状活性炭。振荡（振荡频率为 200 次/min）30 min。定量转移至 250 mL 容量瓶中，加入 2 mL 150 g/L 亚铁氰化钾溶液和 2 mL 300 g/L 硫酸锌溶液，充分混匀，加水定容至刻度，摇匀，放置 5 min，上清液用定量滤纸过滤，滤液备用。同时做空白实验。

### 26.3 测定

根据试样中硝酸盐含量的高低，吸取上述滤液 2 mL~10 mL 于 50 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，混匀。用 1 cm 石英比色皿，于 219 nm 处测定吸光度。

### 26.4 标准曲线的制作

将标准曲线工作液用 1 cm 石英比色皿，于 219 nm 处测定吸光度。以标准溶液质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 27 结果计算

硝酸盐（以硝酸根计）的含量按式（6）计算：

$$X = \frac{\rho \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- $X$  —— 试样中硝酸盐的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho$  —— 由工作曲线获得的试样溶液中硝酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- $V_1$  —— 提取液定容体积，单位为毫升（mL）；
- $V_3$  —— 待测液定容体积，单位为毫升（mL）；
- $m$  —— 试样的质量，单位为克（g）；
- $V_2$  —— 吸取的滤液体积，单位为毫升（mL）；
- 1 000 —— 换算系数。

结果保留2位有效数字。

28 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

29 其他

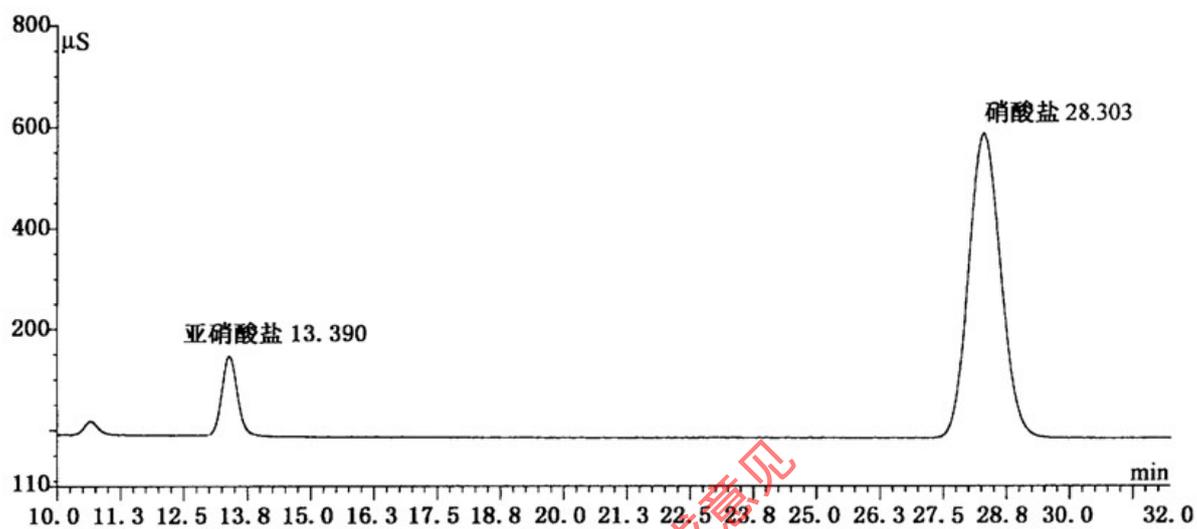
硝酸盐检出限为1.2 mg/kg，定量限为4.0 mg/kg。

食品安全国家标准公开征求意见

## 附录A

## 亚硝酸盐和硝酸盐离子色谱图

亚硝酸盐和硝酸盐混合标准溶液的色谱图见图A.1。



图A.1 亚硝酸盐和硝酸盐混合标准溶液的色谱图

食品安全国家标准征求意见稿

## 附录 B

## 镉粒制备

## B.1 试剂和材料

B.1.1 锌片。

B.1.2 硫酸镉 ( $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )。

B.1.3 硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。

## B.2 试剂配制

B.2.1 硫酸铜溶液 (20 g/L)：称取 20 g 硫酸铜，加水稀释至 1 000 mL。

B.2.2 硫酸镉溶液 (40 g/L)：称取 40 g 硫酸镉，加水稀释至 1 000 mL。

## B.3 海绵状镉的制备 (镉粒直径 0.3 mm~0.8 mm)

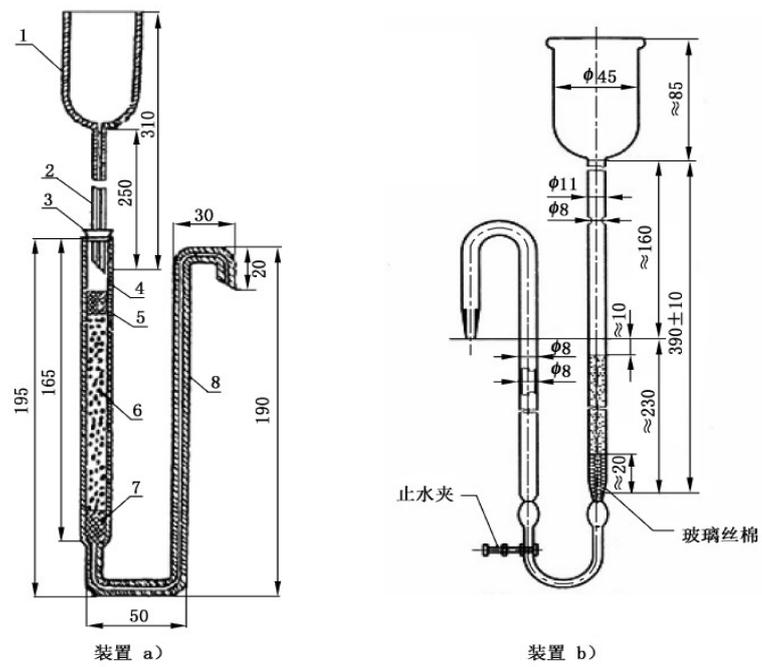
将适量的锌片放入烧杯中，用硫酸镉溶液 (40 g/L) 浸没锌片。在 24 h 之内，不断将锌片上的海绵状镉轻轻刮下。取出残余锌片，使镉沉底，倾去上层溶液。用水冲洗海绵状镉 2 次~3 次后，将镉转移至搅拌器中，加 400 mL 盐酸溶液 (0.1 mol/L)，搅拌数秒，得到所需粒径的镉颗粒。将制得的海绵状镉倒回烧杯中，静置 3 h~4 h，期间搅拌数次，以除去气泡。倾去海绵状镉中的溶液，可按下述方法进行镉粒镀铜。

## B.4 镉粒镀铜

将制得的镉粒置锥形瓶中 (所用镉粒的量以达到要求的镉柱高度为准)，加足量的盐酸溶液 (2 mol/L) 浸没镉粒，振荡 5 min，静置分层，倾去上层溶液，用水多次冲洗镉粒。在镉粒中加入硫酸铜溶液 (20 g/L) (每克镉粒约需 2.5 mL)，振荡 1 min，静置分层，倾去上层溶液后，立即用水冲洗镀铜镉粒 (注意镉粒要始终用水浸没)，直至冲洗的水中不再有铜沉淀。

## B.5 镉柱的装填

如图 B.1 所示，用水装满镉柱玻璃柱，并装入约 2 cm 高的玻璃棉做垫，将玻璃棉压向柱底时，应将其中所包含的空气全部排出，在轻轻敲击下，加入海绵状镉至 8 cm~10 cm [见图 B.1 装置 a)] 或 15 cm~20 cm [见图 B.1 装置 b)]，上面用 1 cm 高的玻璃棉覆盖。若使用装置 b，则上置一贮液漏斗，末端要穿过橡皮塞与镉柱玻璃管紧密连接。如无上述镉柱玻璃管时，可以 25 mL 酸式滴定管代用，但过柱时要注意始终保持液面在镉层之上。当镉柱填装好后，先用 25 mL 盐酸溶液 (0.1 mol/L) 洗涤，再以水洗 2 次，每次 25 mL，镉柱不用时用水封盖，随时都要保持水平面在镉层之上，不得使镉层夹有气泡。



说明:

- |                         |                       |
|-------------------------|-----------------------|
| 1——贮液漏斗，内径35mm，外径37mm；  | 5,7——玻璃棉；             |
| 2——进液毛细管，内径0.4mm，外径6mm； | 6——海绵状镉；              |
| 3——橡皮塞；                 | 8——出液毛细管，内径2mm，外径8mm。 |
| 4——镉柱玻璃管，内径12mm，外径16mm； |                       |

图B.1 镉柱示意图

食品安全国家标准公开征求意见稿

## 附录 C

## 镉柱还原效率的测定

吸取 20.0 mL 硝酸钠标准使用液(10.4.4)，加入 5 mL 氨缓冲液的稀释液，混匀后注入贮液漏斗，使流经镉柱还原，用一个 100 mL 的容量瓶收集洗提液。洗提液的流量不应超过 6 mL/min，在贮液杯将要排空时，用约 15 mL 水冲洗杯壁。冲洗水流尽后，再用 15 mL 水重复冲洗，第 2 次冲洗水也流尽后，将贮液杯灌满水，并使其以最大流量流过柱子。当容量瓶中的洗提液接近 100 mL 时，从柱子下取出容量瓶，用水定容至刻度，混匀。取 10.0 mL 还原后的溶液于 50 mL 比色管中，以下按 12.3“吸取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.0 mL……”起操作，根据标准曲线计算测得结果，与加入量一致，还原效率应大于 95 %为符合要求。

还原效率计算按式 (C.1) 计算：

$$X_1 = \frac{\rho_1 \times 85}{10 \times 69} \times V \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

- $X_1$  ——还原效率，%；  
 $\rho_1$  ——测得亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；  
 10 ——测定用溶液相当硝酸钠的含量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；  
 69 ——亚硝酸钠的转换系数；  
 85 ——硝酸钠的转换系数；  
 $V$  ——测定用样液定容体积，单位为毫升（mL）。

注：如果还原率小于 95 %时，将镉柱中的镉粒倒入锥形瓶中，加入足量的盐酸（2 mol/L）中，振荡数分钟，再用水反复冲洗。

食品安全国家标准公开征求意见