UDC 634+635.1/8

中华人民共和国国家标准

GB/T 15401—94

水果、蔬菜及其制品 亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定

Fruits, vegetables and derived products —Determination of nitrite and nitrate content

1994-12-30发布　　1995-07-01实施

国家技术监督局　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国国家标准

水果、蔬菜及其制品 亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定

GB/T 15401—94

Fruits, vegetables and derived products
—Determination of nitrite and nitrate content

本标准等效采用国际标准 ISO 6635—1984《水果、蔬菜及其制品——亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水果、蔬菜及其制品亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定方法。

本标准适用于水果、蔬菜及其制品亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定。

2 原理

在弱碱性条件下，用热水从样品中提取亚硝酸离子(NO_2^-)和硝酸离子(NO_3^-)，然后用亚铁氰化钾和乙酸锌沉淀蛋白，过滤。分取两整份溶液。一份直接加磺胺和萘乙二胺盐酸盐，在波长 538 nm 处测量生成的红色复合物的吸光度，计算样品中原有的亚硝酸离子(NO_2^-)含量；另一份用金属镉还原硝酸离子(NO_3^-)为亚硝酸离子(NO_2^-)，然后同上显色，测量样品中原有的亚硝酸离子(NO_2^-)和硝酸离子(NO_3^-)还原生成的亚硝酸离子(NO_2^-)的总量，由二者之差计算硝酸离子(NO_3^-)含量。

3 试剂

所用试剂除注明者外，均为分析纯，水为去离子水，不含亚硝酸盐及硝酸盐。

3.1 饱和硼砂溶液：称取 50 g 硼酸钠(GB 632)，溶于 1 000 mL 温水中，冷却至室温。

3.2 亚铁氰化钾溶液：0.25 mol/L。称取 106 g 亚铁氰化钾(GB 1273)，溶于水，定容至 1 000 mL。

3.3 乙酸锌溶液：1 mol/L。称取 220 g 乙酸锌。溶于 30 mL 冰乙酸(GB 676)和水的混合液中，再用水定容至 1 000 mL。

3.4 显色溶液

3.4.1 溶液 I 称取 0.4 g 磺胺，放入盛有 160 mL 水的 200 mL 容量瓶中，在沸水浴上加热溶解。冷却后(必要时过滤)加入 20 mL 盐酸(ρ_{20}=1.19 g/mL，GB 622)，用水定容，避光保存。

3.4.2 溶液 II 称取 0.1 g 萘乙二胺盐酸盐($C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$，含量 98.5%以上)，放入 100 mL 容量瓶中，加水溶解后定容，避光保存。

3.4.3 溶液 III 量取 445 mL 盐酸(ρ_{20}=1.19 g/mL)，放入 1 000 mL 容量瓶中，加水定容。

3.5 锌棒：长约 150 mm，直径 5～7 mm。

3.6 硫酸镉溶液：200 g/L。称取 40 g 硫酸镉(GB 1286)，于 200 mL 容量瓶中，加水溶解后定容。

3.7 镉粒

置锌棒(3.5)于盛有 200 mL 硫酸镉溶液(3.6)的高型烧杯中，及时用刮勺(4.4)将还原生成的镉刮下来，并用捣碎机(4.5)打碎，再用 0.1 mol/L 盐酸处理镉粒，然后用蒸馏水冲洗数次，保存于蒸馏水中

国家技术监督局 1994-12-30 批准　　1995-07-01 实施

备用。

3.8 氨缓冲液(pH9.6):称取 37.4 g 氯化铵(GB 658),溶于约 900 mL 水中,用浓氨水(ρ_{20}=0.88 g/mL,GB 631)调节 pH 至 9.6,再用水稀释至 1 000 mL。

3.9 亚硝酸钠标准储备溶液:称取在 115±5℃下烘至恒重的亚硝酸钠(GB 633,基准试剂)0.150 0 g,于 50 mL 容量瓶中,加水溶解后定容。此溶液含亚硝酸离子(NO_2^-)2 000 mg/L。

用移液管吸取亚硝酸钠标准储备溶液 5 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水定容。该溶液为标准工作溶液,含亚硝酸离子(NO_2^-)10 μg/mL,宜使用时现配。

3.10 活性炭:粉末状。

4 仪器设备

试验中所用玻璃器皿需彻底洗净,并用蒸馏水或去离子水冲洗,以确保无硝酸离子(NO_3^-)和亚硝酸离子(NO_2^-)存在。

4.1 折成槽纹的滤纸:无亚硝酸离子(NO_2^-);

4.2 锥形瓶:50 mL,具有磨口玻璃塞;

4.3 电热恒温水浴锅:温度可调;

4.4 刮勺:末端用聚四氟乙烯包裹;

4.5 高速组织捣碎机:10 000～12 000 r/min;

4.6 振荡机:275 次/min;

4.7 大试管:50 mL;

4.8 分光光度计;

4.9 分析天平:感量 0.001、0.000 1 g。

5 样品的制备

5.1 新鲜果蔬

先将新鲜水果、蔬菜洗净,晾去表面水分,用四分法取可食部分,切碎,按比例加入一定量水(番茄、桔子等多汁样品可不加水),用捣碎机(4.5)制成匀浆,但在称取试样时,应扣除加水量。

5.2 冷冻罐头及酱制品

罐头及酱制品应全部倒出,制成匀浆备用。冷冻制品应先在密闭容器中解冻,混匀,分取一部分备用。

6 分析步骤

6.1 试样中亚硝酸盐、硝酸盐的提取

依试样中亚硝酸盐和硝酸盐含量的大小,准确称取匀浆样 2～20 g(精确到 0.001 g)或准确量取 2～20 mL。放入 200 mL 烧杯中,加入 5 mL 饱和硼砂溶液(3.1)和 100 mL(70～80℃)热水;置沸水浴(4.3)中,加热 15 min,并不断摇动。取出后冷至室温,再加入 10 mL 亚铁氰化钾溶液(3.2),10 mL 乙酸锌溶液(3.3)和 2 g 活性碳粉(3.10),每次加后均充分摇匀。然后定量转入 200 mL 容量瓶中,用水定容。用折成槽纹的滤纸(4.1)过滤,得无色清亮提取液。

6.2 工作曲线的绘制

用移液管吸取亚硝酸钠标准工作溶液(NO_2^-10 μg/mL)0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL,分别置入 7 个 50 mL 容量瓶中,各加水至约 30 mL;然后加入 5.0 mL 溶液 I (3.4.1)3.0 mL 溶液 Ⅲ (3.4.3)混匀,置于室温下遮光处,再加入 1.0 mL 溶液 Ⅱ (3.4.2),混匀,3 min 后用水定容,即得每 50 mL中分别含 0、5、10、15、20、25、30 μg 亚硝酸离子(NO_2^-)的系列标准工作溶液。于 15 min 内,在分光光度计(4.8)上,用 1 cm 光径吸收池,以零管调零,于波长 538 nm 处测其吸光度。在方格坐标纸上以吸

光度为纵坐标，50 mL 中亚硝酸离子(NO_2^-)的质量(μg)为横坐标，绘制工作曲线。

6.3 亚硝酸盐的测定

用移液管吸取提取液(6.1)10 mL 于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至约 30 mL。加入溶液 I (3.4.1) 5 mL，再加入溶液 II (3.4.3)3 mL，混匀。置于室温遮光处，再加入溶液 I (3.4.2)1 mL，混匀，3 min 后用水定容。于 15 min 内，用 1 cm 吸收池，以空白溶液调零，在波长 538 nm 处测其吸光度。从工作曲线上查得相应的亚硝酸离子(NO_2^-)质量(μg)。

同一试样应做两个平行测定。

同时做空白试验。

6.4 硝酸盐的测定

用移液管吸取提取液(6.1)10 mL 于 50 mL 具塞锥形瓶(4.2)中，加入 5.00 mL 蒸馏水，5.00 mL 氨缓冲液(3.8)(使总体积为 20 mL)和 2 g 镉粒(加前用滤纸吸干镉粒上的水分)，盖好瓶塞，置振荡机(4.6)上振荡 5 min。过滤，弃去部分初滤液，收集滤液于大试管(4.7)中。

用移液管吸取还原滤液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，显色步骤同(6.3)，在分光光度计(4.8)上，用 538 nm 波长、1 cm 光径吸收池，以空白试验作参比液调零，进行比色测定，读取吸光度，从工作曲线上查得相应的亚硝酸离子(NO_2^-)质量(μg)。计算硝酸离子(NO_3^-)还原后的亚硝酸离子(NO_2^-)总量，从中减去试样亚硝酸离子(NO_2^-)含量，再乘以 1.348 即为硝酸离子(NO_3^-)含量。

同一试样应作两个平行测定。

同时做空白试验。

7 分析结果的表述

7.1 计算公式

7.1.1 样品中亚硝酸离子(NO_2^-)和硝酸离子(NO_3^-)含量以 mg/kg 表示。按公式(1)、(2)计算：

$$NO_2^-(mg/kg) = m_1 \times \frac{200}{m_0 \times V_1} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的测试液中亚硝酸离子(NO_2^-)质量，μg；

m_0——匀浆样的称取量，g；

V_1——整取过滤液体积，mL。

$$NO_3^-(mg/kg) = 1.348\left(\frac{m_2 \times 200 \times 2}{V_2 \times m_0} - \frac{m_1 \times 200}{m_0 \times V_1}\right) \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：m_2——从工作曲线上查得的测试液中亚硝酸离子(NO_2^-)质量，μg；

V_2——硝酸离子(NO_3^-)还原为亚硝酸离子(NO_2^-)后的过滤液整取体积，mL；

2——硝酸离子(NO_3^-)还原前后吸取液的体积比值；

1.348——亚硝酸离子(NO_2^-)换算为硝酸离子(NO_3^-)的系数；

m_0、m_1、V_1 的含义同公式(1)。

7.1.2 样品中亚硝酸离子(NO_2^-)和硝酸离子(NO_3^-)含量以 mg/L 表示。分别按公式(3)、(4)计算：

$$NO_2^-(mg/L) = m_1 \times \frac{200}{V_0 - V_1} \qquad \cdots\cdots(3)$$

需要全本请访问 www.ertongbook.com

式中：m_1——从工作曲线上查得的测试液中亚硝酸离子(NO_2^-)质量，μg；

V_0——试样的吸取量，mL；

V_1——整取过滤液体积，mL。

$$NO_3^-(mg/L) = 1.348\left(\frac{m_2 \times 200 \times 2}{V_0 \times V_2} - \frac{m_1 \times 200}{V_0 \times V_1}\right) \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：m_2——从工作曲线上查得的测试液中亚硝酸离子(NO_2^-)质量，μg；

V_2——硝酸离子(NO_3^-)还原为亚硝酸离子(NO_2^-)后的过滤液整取体积，mL；

2——硝酸离子(NO_3^-)还原前后吸取液的体积比值；

1.348——亚硝酸离子(NO_2^-)换算为硝酸离子(NO_3^-)的系数；

m_1、V_0、V_1 的含义同公式(3)。

7.2 用平行测定结果的算术平均值表示，小数点后保留两位。

7.3 重复性

平行测定结果的相对误差不得大于3%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由陕西省农业科学院黄土高原农业测试中心负责起草。

本标准主要起草人李鸿恩、周聪韧、李亚兰、田华。

(京)新登字 023 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水果、蔬菜及其制品
亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定
GB/T 15401—94
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
电　　话:8522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经营
版权专有　不得翻印
*
开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 8 千字
1995 年 5 月第一版　1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—1 500
*
书号:155066·1-11494　定价 8.00 元
*
标 目 264—41

GB/T 15401-1994