

ICS 67.100.10  
X 82



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5413.32—1997

---

## 乳粉 硝酸盐、亚硝酸盐的测定

Milk powder—Determination of nitrate and nitrite contents

1997-05-28 发布

1998-09-01 实施

---

国家技术监督局 发布

## 前 言

乳粉中含有的硝酸盐、亚硝酸盐主要来源于原料乳中的人为掺假和牛饲料,对其含量的测定国际上广泛采用镉还原和光度分析法。本标准等同采用国际乳品联合会标准 IDF95A:1984《乳粉——硝酸盐和亚硝酸盐含量的测定(镉还原和分光光度法)》中的镉柱再生部分稍做修改。其他内容均相同。

本系列标准从实施之日起,代替 GB 5413—85。

本标准由中国轻工总会提出。

本标准由全国乳品标准化中心归口。

本标准负责起草单位:国家乳制品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位:卫生部食品卫生监督检验所、浙江省轻工业研究所、哈尔滨森永乳品有限公司、雀巢(中国)投资服务有限公司。

本标准主要起草人:黄敏、田间、刘波、王芸、王心祥。

## 乳粉 硝酸盐、亚硝酸盐的测定

代替 GB 5413—85

Milk powder—Determination of nitrate and nitrite contents

## 1 范围

本标准规定了采用镉还原和光度分析法测定硝酸盐和亚硝酸盐的方法。

本标准适用于乳粉中硝酸盐和亚硝酸盐的测定。

本方法检出极限分别为：硝酸盐 1.5mg/kg；亚硝酸盐 0.2mg/kg。

## 2 方法原理

将乳粉样品溶解于水中，沉淀脂肪和蛋白后，进行过滤。用镀铜镉粒使部分滤液中的硝酸盐还原为亚硝酸盐。在未还原的滤液和已还原的滤液中，加入磺胺和 N-1-萘基-乙二胺二盐酸盐，使其显粉红色，然后用分光光度计在 538nm 波长下测其吸光度。

将测得的吸光度与亚硝酸钠标准系列溶液的吸光度进行比较，就可计算出样品中的亚硝酸盐含量和硝酸盐还原后的亚硝酸盐总量；从两者之间的差值可以计算出硝酸盐的含量。

## 3 试剂

测定用水应是不含硝酸盐和亚硝酸盐的蒸馏水或去离子水。

注：为避免镀铜镉柱(4.10)中混入小气泡，柱制备(5.1)、柱还原能力的检查(5.2)和柱的再生(5.3)时所用的蒸馏水或去离子水，最好是刚煮沸过并冷却至室温的。

### 3.1 镀铜镉粒：直径 0.3~0.8mm。也可按下述方法制备。

将适量的锌棒放入烧杯中，用 40g/L 的硫酸镉( $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )溶液浸没锌棒。在 24h 之内，不断将锌棒上的海绵状镉刮下来。取出锌棒，滗出烧杯中多余的溶液，剩下的溶液能浸没镉即可。用蒸馏水冲洗海绵状镉 2~3 次，然后把镉移入小型搅拌器中，同时加入 400mL 0.1mol/L 的盐酸。搅拌几秒钟，以得到所需粒度的颗粒。将搅拌器中的镉粒连同溶液一起倒回烧杯中，静止几小时，这期间要搅拌几次以除掉气泡。倾出大部分溶液，立即按 5.1.1 至 5.1.8 中叙述的方法镀铜。

### 3.2 硫酸铜溶液：溶解 20g 五水硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )于水中，稀释至 1000mL。

3.3 盐酸-氨水缓冲溶液：pH9.6~9.7。用 600mL 水稀释 75mL 浓盐酸( $\rho_{20} 1.19\text{g/mL}$ ，质量分数约为 38%)。混匀后，再加入 135mL 浓氨水( $\rho_{20} 0.91\text{g/mL}$ ，质量分数等于 25%的新鲜氨水)。用水稀释至 1000mL，混匀。用精密 pH 计调 pH 值为 9.60~9.70。

3.4 盐酸溶液： $c(\text{H}^+)$  约为 2mol/L。用水将 160mL 的浓盐酸( $\rho_{20} 1.98\text{g/mL}$ )稀释至 1000mL。

3.5 盐酸溶液： $c(\text{H}^+)$  约为 0.1mol/L。将 50mL 2mol/L 的盐酸溶液用水稀释至 1000mL。

### 3.6 沉淀蛋白和脂肪的溶液：

3.6.1 硫酸锌溶液：将 53.5g 的七水硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于水，并稀释至 100mL。

3.6.2 亚铁氰化钾溶液：将 17.2g 的三亚铁氰化钾( $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ )溶于水，稀释至 100mL。

3.7 EDTA 溶液：用水将 33.5g 的二水乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶解，稀释至 1000mL。