

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.33—2003
代替 GB/T 5009.33—1996

食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

Determination of nitrite and nitrate in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 5009.33—1996《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.33—1996 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》;
- 对方法的内容进行了修改;
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准盐酸萘乙二胺法、镉柱法由卫生部食品卫生监督检验所、河南省食品卫生监督检验所、吉林省卫生防疫站、青岛医学院负责起草。

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。

本标准于 1985 年首次发布,于 1996 年第一次修订,本次为第二次修订。

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。亚硝酸盐方法检出限为 1 mg/kg,硝酸盐方法检出限为 1.4 mg/kg。

盐酸萘乙二胺法——亚硝酸盐测定

2 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染料,与标准比较定量。

3 试剂

- 3.1 亚铁氰化钾溶液:称取 106.0 g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$,用水溶解,并稀释至 1 000 mL。
- 3.2 乙酸锌溶液:称取 220.0 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$,加 30 mL 冰乙酸溶于水,并稀释至 1 000 mL。
- 3.3 饱和硼砂溶液:称取 5.0 g 硼酸钠 $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$,溶于 100 mL 热水中,冷却后备用。
- 3.4 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 20% 盐酸中,置棕色瓶中混匀,避光保存。
- 3.5 盐酸萘乙二胺溶液(2 g/L):称取 0.2 g 盐酸萘乙二胺,溶解于 100 mL 水中,混匀后,置棕色瓶中,避光保存。
- 3.6 亚硝酸钠标准溶液:准确称取 0.100 0 g 于硅胶干燥器中干燥 24 h 的亚硝酸钠,加水溶解移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 200 μg 的亚硝酸钠。
- 3.7 亚硝酸钠标准使用液:临用前,吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 mL,置于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 5.0 μg 亚硝酸钠。

4 仪器

- 4.1 小型绞肉机。
- 4.2 分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试样处理

称取 5.0 g 经绞碎混匀的试样,置于 50 mL 烧杯中,加 12.5 mL 硼砂饱和液,搅拌均匀,以 70℃ 左右的水约 300 mL 将试样洗入 500 mL 容量瓶中,于沸水浴中加热 15 min,取出后冷却至室温,然后一面转动,一面加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液,摇匀,再加入 5 mL 乙酸锌溶液,以沉淀蛋白质。加水至刻度,摇匀,放置 0.5 h,除去上层脂肪,清液用滤纸过滤,弃去初滤液 30 mL,滤液备用。

5.2 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、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 亚硝酸钠标准使用液(相当于 0、1、2、3、4、5、7.5、10、12.5 μg 亚硝酸钠),分别置于