

水果蔬菜中硝酸盐、亚硝酸盐的测定

1.引言

在日常生活饮食中，经常会遇到硝酸盐、亚硝酸盐对食品的污染。如果食用过多的亚硝酸盐污染的食物，轻者会对人体健康造成损伤，重者会对人体产生致畸、致癌作用。因此食品中的亚硝酸盐、硝酸盐污染预防非常重要。本文介绍离子色谱法检测水果蔬菜中的亚硝酸盐、硝酸盐。

2.实验

2.1 仪器和设备

离子色谱仪（IC1820,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
万分之一分析天平（AE224,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
超声波清洗器；
食物粉碎机
离心机：不低于 10000 r/min（5 mL 离心管）
C18 小柱、H/Na 柱、0.22 μm 针头过滤器等预处理小柱
常规的实验室仪器

2.2 试剂

碳酸钠（优级纯）、 $\text{NaNO}_3/\text{NaNO}_2$ （优级纯）、
超纯水（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega$ ）

2.3 离子色谱测定条件

色谱柱：阴离子色谱柱，Shodex IC SI-52 4E
流动相：3.6 mM Na_2CO_3 aq.
流 速：0.8 mL/min
检测器：抑制型电导检测器（温度，40 $^\circ\text{C}$ ）
抑制器电流：60 mA
柱 温：45 $^\circ\text{C}$
进样量：25 μL

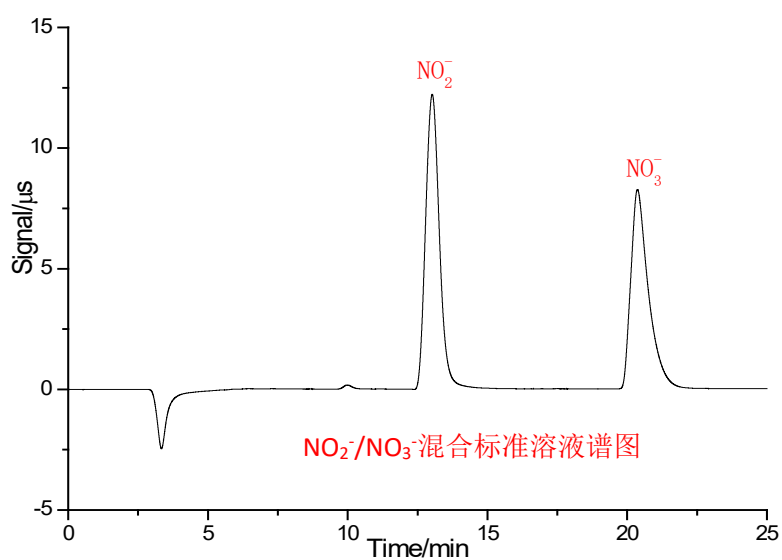
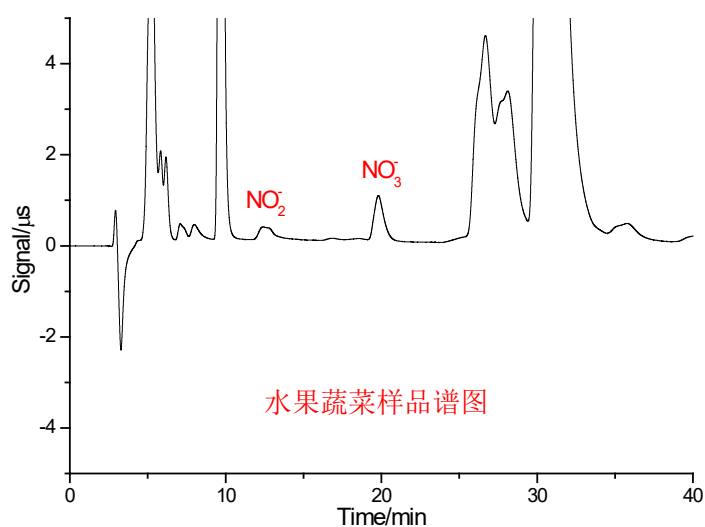
2.4 样品预处理

参照国标 GB 5009.33-2010，将新鲜蔬菜水果用去离子水洗净，晾干后，取可食部分切碎混匀。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。

称取试样匀浆 5 g（精确到 0.001 g）以 80 mL 纯水洗入 100 mL 容量瓶，超声萃取 30 min 且每隔 5 min 摇匀一次，保持固相完全分散。于 75 $^\circ\text{C}$ 水浴中放置 5 min，取出放置室温，加水定容至刻度。溶液经滤纸过滤后，取部分溶液于 10000 r/min 离心 15 min，上清液备用。

取上述上清液 15 mL，依次过 0.22 μm 针头过滤膜、C18 柱，弃去前 3 mL（如果样品中氯离子含量过高的话，则需要依次过针头过滤膜、C18 柱、Ag 柱）收集后面洗脱液进离子色谱仪检测。

2.5 样品谱图



2.6 检测方法

分别吸取空白和试样溶液，在相同条件下，分别进行离子色谱仪测定，记录谱图，根据保留时间定性，分别测量空白和试样的峰面积。

根据试样中离子含量配置一系列 $\text{NO}_2^-/\text{NO}_3^-$ 混合标准溶液（一般五个浓度点）然后由浓度由低到高的顺序依次进样从而得到标准样谱图，以浓度为（mg/L）为横坐标，以峰高（ μS ）或峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，从而得到样品中离子的准确含量。

2.7 加标回收

为了验证本方法的准确性，我们对试样进行了加标回收率测定。分别向试样中加入 $\text{NO}_2^-/\text{NO}_3^-$ 混合标准溶液，浓度分别为 0.5 ppm、1.0 ppm、2 ppm（两种离子浓度相同）测得其加标回收率分别为 91.5%/90.6%、92.3%/93.1%、90.5%/89.7%。

3. 讨论与结论

试样中如果含有过多的 $\text{CO}_3^{2-}(\text{HCO}_3^-)$ 的话，此时 NO_2^- 的峰会受到 CO_3^{2-} 的干扰，从而影响其结果准确度。此时样品需适量酸化以除去 CO_3^{2-} ，然后样品进行真空脱气再进行测定。

参照国标 GB 5009.33-2010 将样品正确的预处理，采用离子色谱法配置 Shodex IC SI-52 4E 色谱柱能够准确的测定植物产品中的硝酸盐和亚硝酸盐。

注：Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标