

牛奶中硝酸盐、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。GB5009.33-2010提供了食品中硝酸盐、亚硝酸盐的含量检测方法，其中离子色谱法为第一法。本文介绍离子色谱法检测牛奶中的亚硝酸盐、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;
离心机: 不低于 10000 r/min (5 mL 离心管)
C18 小柱、Ag 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

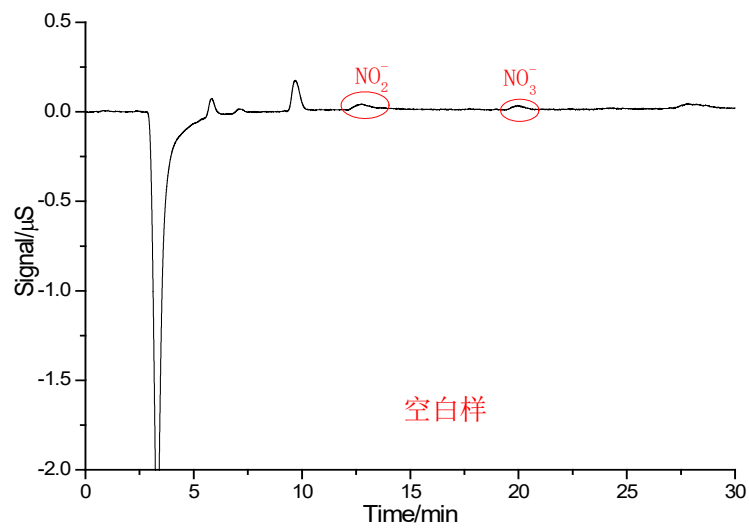
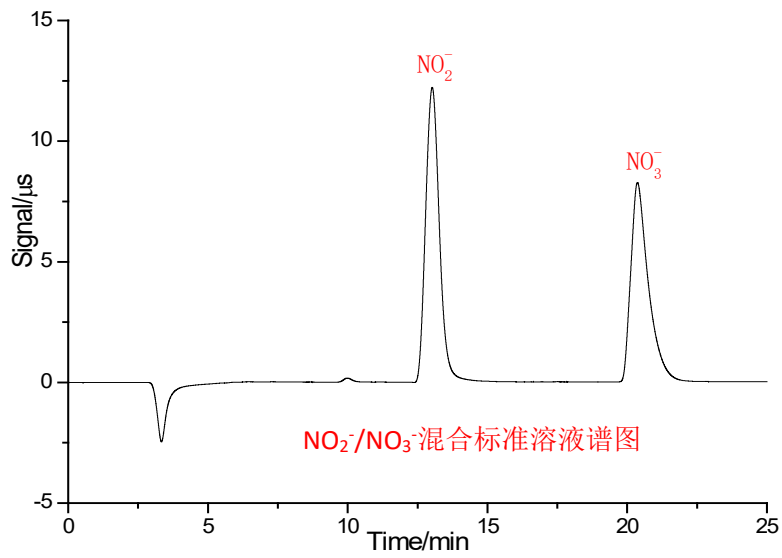
色谱柱: 阴离子色谱柱, Shodex IC SI-52 4E
流动相: 3.6 mM Na_2CO_3 aq.
流 速: 0.8 mL/min
检测器: 抑制型电导检测器 (温度, 40 $^\circ\text{C}$)
抑制器电流: 60 mA
柱 温: 45 $^\circ\text{C}$
进样量: 25 μL

2.4 样品预处理

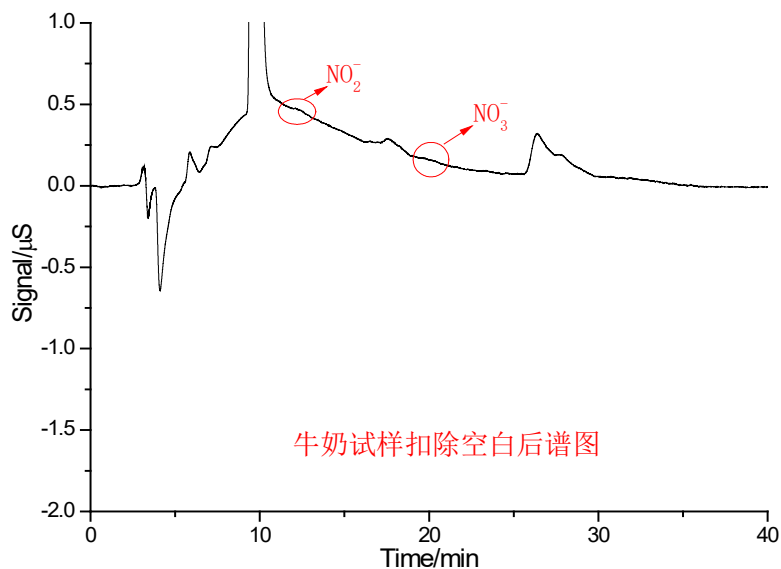
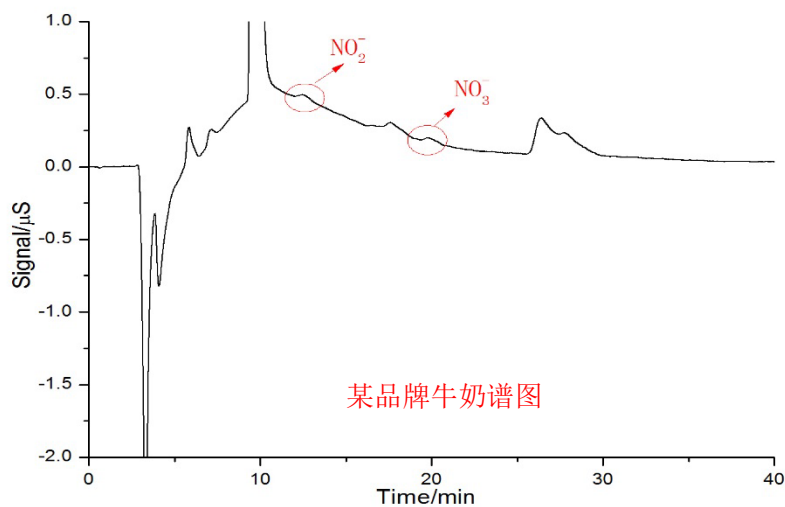
称取牛奶试样 10 g (精确到 0.001 g) 放入 50 mL 容量瓶, 用乙腈定容, 超声 10 min 保持固相完全分散。然后于 10000 r/min 离心 20 min, 上清液备用。

取上述上清液 1 mL 定容至 10 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



空白样中的 NO_2^- 和 NO_3^- 的含量已不容忽视，所以试样中需扣除空白。



牛奶试样扣除空白后几乎检测不到 NO_3^- 和 NO_2^-

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。

由于扣除空白后试样中硝酸盐、亚硝酸盐含量很低，我们采用单点法计算试样中硝酸盐、亚硝酸盐的含量，测得其含量均低于国标（亚硝酸盐含量不高于 0.2 mg/Kg 以 NaNO_2 计）

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 92.5%/91.6%、95.3%/93.6%、91.5%/94.7%。

3. 讨论与结论

实验表明采用乙腈破乳，离子色谱法配置 Shodex IC SI-52 4E 色谱柱检测能够有效、快速、准确的检测牛奶中的硝酸盐和亚硝酸盐。同时离子色谱法也适用于植物产品、肉类、鱼类等食品中亚硝酸盐、硝酸盐的检测。

注：Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标