

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.33—2008

代替 GB/T 5009.33—2003, GB/T 5413.32—1997, GB/T 15401—1994

GB/T 5009.33—2008

## 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

Determination of nitrite and nitrate in foods

中华人民共和国  
国家标准  
食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定  
GB/T 5009.33—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

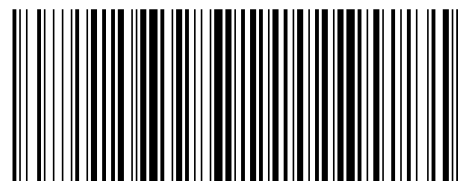
\*

书号: 155066·1-36069 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.33—2008

2008-12-03 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国卫生部  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.33—2003《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》、GB/T 5413.32—1997《乳粉硝酸盐、亚硝酸盐的测定》以及 GB/T 15401—1994《水果、蔬菜及其制品 亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.33—2003 相比主要修改如下：

- 增加了亚硝酸盐和硝酸盐测定的离子色谱方法并作为第一法；
- 对盐酸萘乙二胺法的试样前处理条件进行了修订。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准离子色谱法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草；江苏省疾病预防控制中心、上海市疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心参加起草。

本标准分光光度法由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草。

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。

本标准离子色谱法主要起草人：吴永宁、张磊、赵云峰、周萍萍、马永建、汪国权、邵兵。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 5009.33—1985、GB/T 5009.33—1996、GB/T 5009.33—2003；
- GB 5413—1985、GB/T 5413.32—1997；
- GB/T 15401—1994。

16.6 8-羟基喹啉溶液(1 g/L):称取 0.250 g 8-羟基喹啉,加 4 mL 盐酸(0.1 mol/L)和少量水溶解,移至 250 mL 容量瓶稀释至刻度。

16.7 EDTA 溶液(0.10 mol/L):称取 3.722 g EDTA,加水 30 mL 溶解,转入 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度。

16.8 氨水(5%):吸取 28%的浓氨水 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

16.9 亚硝酸钠标准溶液:准确称取 0.100 0 g 于硅胶干燥器中 24 h 的亚硝酸钠,加水溶解移入 500 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 200  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。

16.10 亚硝酸钠标准使用液:准确吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 5  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。再取 10.00 mL 该稀释液于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 0.5  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠。

## 17 仪器

17.1 小型绞肉机。

17.2 示波极谱仪。

## 18 分析步骤

### 18.1 试样处理

称取 5.000 g 经绞碎混匀的试样(午餐肉、火腿肠可称 10.00 g~20.00 g),置于 50 mL 烧杯中,加 12.5 mL 硼砂饱和液,搅拌均匀,以 70  $^{\circ}\text{C}$  的水 300 mL 将试样洗入 500 mL 容量瓶中,于沸水浴中加热 15min 取出后冷却至室温,然后一边转动,一边加入 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 50 mL,滤液备用。

### 18.2 测定

吸取 3 mL 上述滤液于 10 mL 容量瓶(或比色管)中,另取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 亚硝酸钠标准溶液(相当于 0.00  $\mu\text{g}$ 、0.25  $\mu\text{g}$ 、0.50  $\mu\text{g}$ 、0.75  $\mu\text{g}$ 、1.00  $\mu\text{g}$ 、1.25  $\mu\text{g}$ 、1.50  $\mu\text{g}$  亚硝酸钠)于 10 mL 容量瓶(或比色管)中,于标准与试样管中分别加入 0.20 mL EDTA 溶液(0.10mol/L)、1.50 mL 对氨基苯磺酸溶液(8 g/L),混匀,静止 3 min~4 min 后各加入 1.00 mL 8-羟基喹啉溶液(1 g/L)和 0.5 mL 氨水(5%),用水稀释至刻度,混匀,静止 10 min~15 min,将试液全部转入电解池中(10 mL 小烧杯)。在示波极谱仪上采用三电极体系进行测定(滴汞电极为工作电极,饱和甘汞电极为参比电极,铂电极为辅助电极)。

### 18.3 测定参考条件

原点电位调节在-0.2 V。

倍率为 0.1(可以根据试样中亚硝酸盐含量多少选择合适的倍率。含量高,倍率高,倍率选择在 0.1 以上;反之,倍率选择在 0.1 以下)。

电极开关拨至三电极,导数档。

测量开关拨至阴极。

将三电极插入电解池中,每隔 7 s 仪器自行扫描一次,在荧光屏上记录-0.56 V 左右(允许电位波动 10 mV~20 mV)的极谱波高,绘制标准曲线比较。

## 19 结果计算

试样中亚硝酸盐(以亚硝酸钠计)的含量按式(5)进行计算:

## 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。

离子色谱法中亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为 0.4 mg/kg 和 0.8 mg/kg;分光光度法中亚硝酸盐和硝酸盐检出限分别为 1 mg/kg 和 1.4 mg/kg。

### 第一法 离子色谱法——亚硝酸盐和硝酸盐的测定

### 2 原理

试样经沉淀蛋白质、除去脂肪后,采用相应的方法提取和纯化,以氢氧化钾溶液为淋洗液,阴离子交换柱分离,电导检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

### 3 试剂

3.1 超纯水:电阻率为 18.2  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

3.2 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ :分析纯。

3.3 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ :分析纯。

3.4 硼酸钠 $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ :分析纯。

3.5 亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 106.0 g 亚铁氰化钾用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

3.6 乙酸锌溶液(220 g/L):称取 220.0 g 乙酸锌,先加 30 mL 冰乙酸溶解,用水稀释至 1 000 mL。

3.7 饱和硼砂溶液(50g/L):称取 5.0 g 硼酸钠,溶于 100 mL 热水,冷却后备用。

3.8 亚硝酸根离子 $(\text{NO}_2^-)$ 标准溶液(100 mg/L,水基体)。

3.9 硝酸根离子 $(\text{NO}_3^-)$ 标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

3.10 亚硝酸盐(以  $\text{NO}_2^-$  计,下同)和硝酸盐(以  $\text{NO}_3^-$  计,下同)混合标准使用液:准确移取亚硝酸根离子 $(\text{NO}_2^-)$ 和硝酸根离子 $(\text{NO}_3^-)$ 的标准溶液各 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,此溶液 1 mL 含亚硝酸根离子 1.0  $\mu\text{g}$  和硝酸根离子 10.0  $\mu\text{g}$ 。

### 4 仪器

4.1 离子色谱仪:包括电导检测器,配有抑制器,大容量阴离子交换柱,25  $\mu\text{L}$  定量环。

4.2 食物粉碎机。

4.3 超声波清洗器。

4.4 分析天平:感量 0.1 mg 和 1 mg。

4.5 离心机:转速不低于 10 000 r/min,配 5 mL 或 10 mL 离心管。

4.6 0.22  $\mu\text{m}$  水性滤膜针头滤器。

4.7 净化柱:包括  $\text{C}_{18}$  柱、Ag 柱和 Na 柱或等效柱。

4.8 注射器:1.0 mL、2.5 mL。

所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L 氢氧化钠和水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3 次~5 次,晾干备用。