

ICS 67.100.10
X 82



中华人民共和国国家标准

GB/T 5413.32—1997

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

中华人民共和国
国家标准
乳粉 硝酸盐、亚硝酸盐的测定
GB/T 5413.32—1997

*

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.bzchs.com

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 0.75 字数 12 千字
2005年7月第一版 2005年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-22859 定价 10.00 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 5413.32-1997

1997-05-28 发布

1998-09-01 实施

国家技术监督局 发布

7 允许差

7.1 重复性

7.1.1 由同一分析人员在短时间间隔内测定的两个亚硝酸盐结果之间的差值，不应超过 1mg/kg。

7.1.2 由同一分析人员在短时间间隔内测定的两个硝酸盐结果之间的差值，在硝酸盐含量小于 30mg/kg 时，不应超过 3mg/kg；在硝酸盐含量大于 30mg/kg 时，不应超过结果平均值的 10%。

7.2 重现性

由不同实验室的两个分析人员对同一样品测得的两个硝酸盐结果之差，在硝酸盐含量小于 30mg/kg 时，差值不应超过 8mg/kg；在硝酸盐含量大于或等于 30mg/kg 时，该差值不应超过结果平均值的 25%。

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。

水以同样流速冲洗该柱。

5.2 检查柱的还原能力

这种检查每天至少要进行两次,一般在开始时和一系列测定之后。

5.2.1 用移液管将 20mL 的硝酸钾标准溶液(3.12)移入还原柱顶部的贮液杯中,再立即向该贮液杯中添加 5mL 缓冲溶液(3.3)。用一个 100mL 的容量瓶收集洗提液。洗提液的流量不应超过 6mL/min。

5.2.2 在贮液杯将要排空时,用约 15mL 水冲洗杯壁。冲洗水流完后,再用 15mL 水重复冲洗。当第二次冲洗水也流完后,将贮液杯灌满水,并使其以最大流量流过柱子。

5.2.3 当容量瓶中的洗提液接近 100mL 时,从柱子下取出容量瓶,用水定容至刻度,混合均匀。

5.2.4 移取 10mL 洗提液于 100mL 容量瓶中,加水至 60mL 左右。然后按 5.8.2、5.8.3 和 5.8.4 操作。

5.2.5 根据测得的吸光度,从标准曲线(5.8.5)上可查得稀释洗提液(5.2.4)中的亚硝酸盐含量($\mu\text{g}/\text{mL}$)。据此可计算出以百分率表示的柱还原能力(NO_2^- 的含量为 $0.067\mu\text{g}/\text{mL}$ 时还原能力为 100%)。如果还原能力小于 95%,柱子就需要再生。

5.3 柱子再生

柱子使用后,或镉柱的还原能力低于 95%时,按如下步骤进行再生。

5.3.1 在 100mL 水中加入约 5mL EDTA 溶液(3.7)和 2mL 盐酸溶液(3.5)。以 10mL/min 左右的速度过柱。

5.3.2 当贮液杯中混合液排空后,按顺序用 25mL 水、25mL 盐酸溶液(3.5)和 25mL 水冲洗柱子。

5.3.3 检查镉柱的还原能力,如低于 95%,要重复再生。

5.4 样品的称取和溶解

5.4.1 液体乳样品:量取 90mL 样品于 500mL 锥形瓶中,用 22mL 50~55℃ 的水分数次冲洗样品量筒,冲洗液倾入锥形瓶中,混匀。

5.4.2 乳粉样品:在 100mL 烧杯中称取 10g 样品,准确至 0.001g。用 112mL 50~55℃ 的水将样品洗入 500mL 锥形瓶中,混匀。

5.4.3 乳清粉及以乳清粉为原料生产的婴儿配方粉样品:在 100mL 烧杯中称取 10g 样品,准确至 0.001g。用 112mL 50~55℃ 的水将样品洗入 500mL 锥形瓶中,混匀。用铝箔纸盖好锥形瓶口,将溶好的样品在沸水中煮 15min,然后冷却至约 50℃。

5.5 脂肪和蛋白质的去除

5.5.1 按顺序加入 24mL 硫酸锌溶液(3.6.1)、24mL 亚铁氰化钾溶液(3.6.2)和 40mL 缓冲溶液(5.3),加入时要边加边摇,每加完一种溶液都要充分摇匀。

5.5.2 静止 15min~1h。然后用滤纸(4.9)过滤,滤液用 250mL 锥形瓶收集。

5.6 硝酸盐还原为亚硝酸盐

5.6.1 移取 20mL 滤液于 100mL 小烧杯中,加入 5mL 缓冲溶液(3.3),混匀,倒入镉柱顶部的贮液杯中,以小于 6mL/min 的流速过柱。洗提液(过柱后的液体)接入 100mL 容量瓶中。

5.6.2 当贮液杯快要排空时,用 15mL 水冲洗小烧杯,再倒入贮液杯中。冲洗水流完后,再用 15mL 水重复一次。当第二次冲洗水快流完时,将贮液杯装满水,以最大流速过柱。

5.6.3 当容量瓶中的洗提液接近 100mL 时,取出容量瓶,用水定容,混匀。

5.7 测定

5.7.1 分别移取 20mL 洗提液(5.6.3)和 20mL 滤液(5.5.2)于 100mL 容量瓶中,加水至约 60mL。

5.7.2 在每个容量瓶中先加入 6mL 显色液 1(3.8),边加边混;再加入 5mL 显色液 2(3.9)。小心混合溶液,使其在室温下静置 5min,避免直射阳光。

5.7.3 加入 2mL 显色液 3(3.10),小心混合,使其在室温下静置 5min,避免直射阳光。用水定容至刻度,混匀。

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

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[$\rho_{20} 1.19\text{g}/\text{mL}$,质量分数约为 38%]。混匀后,再加入 135mL 浓氨水[$\rho_{20} 0.91\text{g}/\text{mL}$,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($\rho_{20} 1.98\text{g}/\text{mL}$)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 的三水亚铁氰化钾[$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$]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。

国家技术监督局 1997-05-28 批准

1998-09-01 实施