

## GB/T 15401—94

本标准等效采用国际标准ISO 6635—1984《水果、蔬菜及其制品——亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了水果、蔬菜及其制品亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定方法。

本标准适用于水果、蔬菜及其制品亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定。

### 2 原理

在弱碱性条件下,用热水从样品中提取亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ )和硝酸离子( $\text{NO}_3^-$ ),然后用亚铁氰化钾和乙酸锌沉淀蛋白,过滤。分取两整份溶液。一份直接加磺胺和萘乙二胺盐酸盐,在波长538nm处测量生成的红色复合物的吸光度,计算样品中原有的亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ )含量;另一份用金属镉还原硝酸离子( $\text{NO}_3^-$ )为亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ ),然后同上显色,测量样品中原有的亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ )和硝酸离子( $\text{NO}_3^-$ )还原生成的亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ )的总量,由二者之差计算硝酸离子( $\text{NO}_3^-$ )含量。

### 3 试剂

所用试剂除注明者外,均为分析纯,水为去离子水,不含亚硝酸盐及硝酸盐。

3.1 饱和硼砂溶液:称取50g硼酸钠(GB 632),溶于1000mL温水中,冷却至室温。

3.2 亚铁氰化钾溶液:0.25mol/L。称取106g亚铁氰化钾(GB 1273),溶于水,定容至1000mL。

3.3 乙酸锌溶液:1mol/L。称取220g乙酸锌。溶于30mL冰乙酸(GB 676)和水的混合液中,再用水定容至1000mL。

#### 3.4 显色溶液

3.4.1 溶液I 称取0.4g磺胺,放入盛有160mL水的200mL容量瓶中,在沸水浴上加热溶解。冷却后(必要时过滤)加入20mL盐酸( $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ ,GB 622),用水定容,避光保存。

3.4.2 溶液II 称取0.1g萘乙二胺盐酸盐( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ,含量98.5%以上),放入100mL容量瓶中,加水溶解后定容,避光保存。

3.4.3 溶液III 量取445mL盐酸( $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ ),放入1000mL容量瓶中,加水定容。

3.5 锌棒:长约150mm,直径5~7mm。

3.6 硫酸镉溶液:200g/L。称取40g硫酸镉(GB 1286),于200mL容量瓶中,加水溶解后定容。

#### 3.7 镉粒

置锌棒(3.5)于盛有200mL硫酸镉溶液(3.6)的高型烧杯中,及时用刮勺(4.4)将还

原生成的镉刮下来,并用捣碎机(4.5)打碎,再用0.1mol/L盐酸处理镉粒,然后用蒸馏水冲洗数次,保存于蒸馏水中备用。

3.8 氨缓冲液(pH9.6):称取37.4g氯化铵(GB 658),溶于约900mL水中,用浓氨水( $\rho_{20}=0.88\text{g/mL}$ , GB 631)调节pH至9.6,再用水稀释至1000mL。

3.9 亚硝酸钠标准储备溶液:称取在 $115\pm 5^\circ\text{C}$ 下烘至恒重的亚硝酸钠(GB 633,基准试剂)0.1500g,于50mL容量瓶中,加水溶解后定容。此溶液含亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ )2000mg/L。

用移液管吸取亚硝酸钠标准储备溶液5mL于1000mL容量瓶中,用水定容。该溶液为标准工作溶液,含亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ ) $10\mu\text{g/mL}$ ,宜使用时现配。

3.10 活性炭:粉末状。

## 4 仪器设备

试验中所用玻璃器皿需彻底洗净,并用蒸馏水或去离子水冲洗,以确保无硝酸离子( $\text{NO}_3^-$ )和亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ )存在。

4.1 折成槽纹的滤纸:无亚硝酸离子( $\text{NO}_2^-$ );

4.2 锥形瓶:50mL,具有磨口玻璃塞;

4.3 电热恒温水浴锅:温度可调;

4.4 刮勺:末端用聚四氟乙烯包裹;

4.5 高速组织捣碎机:10000~12000r/min;

4.6 振荡机:275次/min;

4.7 大试管:50mL;

4.8 分光光度计;

4.9 分析天平:感量0.001、0.0001g。

## 5 样品的制备

### 5.1 新鲜果蔬

先将新鲜水果、蔬菜洗净,晾去表面水分,用四分法取可食部分,切碎,按比例加入一定量水(番茄、桔子等多汁样品可不加水),用捣碎机(4.5)制成匀浆,但在称取试样时,应扣除加水量。

### 5.2 冷冻罐头及酱制品

罐头及酱制品应全部倒出,制成匀浆备用。冷冻制品应先在密闭容器中解冻,混匀,分取一部分备用。