

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1375—2007

植物产品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 离子色谱法

**Determination of Nitrite and Nitrate in Plant Products
Ion Chromatography Method**

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

植物产品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了采用离子色谱测定粮食、蔬菜、水果等植物产品中亚硝酸盐与硝酸盐的方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果等植物产品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定。

本方法的线性范围:亚硝酸盐为 0.05 mg/L~20 mg/L(以 NO_2^- 计)、硝酸盐为 0.05 mg/L~50 mg/L(以 NO_3^- 计)。

本方法的检出限:亚硝酸盐为 0.1 mg/kg(以 NaNO_2 计)、硝酸盐为 0.2 mg/kg(以 NaNO_3 计)。

2 原理

在弱碱性条件下,用热水提取样品中亚硝酸根离子(NO_2^-)和硝酸根离子(NO_3^-),经净化后,用离子交换色谱—电导检测器(或紫外检测器于波长 210 nm 处)测定,外标法定量。

3 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,所用的水为电导率小于 $1\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 的去离子水。

3.1 亚硝酸钠(NaNO_2),基准试剂。

3.2 硝酸钾(KNO_3),基准试剂。

3.3 氢氧化钾溶液 [$c(\text{KOH}) = 1\ \text{mol}/\text{L}$]:称取 6 g 氢氧化钾,加入新煮沸过的冷水溶解,并稀释至 100 mL,混匀。

3.4 亚硝酸根离子标准贮备液(1 000 mg/L):称取 1.500 0 g 于 $115^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘至恒重的亚硝酸钠(3.1),溶于水,置于 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。于 4°C 条件下保存。

3.5 硝酸根离子标准贮备液(1 000 mg/L):称取 1.630 5 g 于 $115^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘至恒重的硝酸钾(3.2),溶于水,置于 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。于 4°C 条件下保存。

3.6 亚硝酸根离子标准使用液(10 mg/L):吸取 1.00 mL 亚硝酸根离子标准贮备液(3.4),置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。标准使用液应现用现配。

3.7 硝酸根离子标准使用液(100 mg/L):吸取 10.00 mL 硝酸根离子标准贮备液(3.5),置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。标准使用液应现用现配。

3.8 亚硝酸根离子与硝酸根离子混合标准工作液:分别吸取亚硝酸根离子标准使用液(3.6)0 mL、0.25 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 和硝酸根离子标准使用液(3.7)0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL,用水定容至 50 mL。各自相当于亚硝酸根离子浓度 0 mg/L、0.05 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L、2.00 mg/L 和硝酸根离子浓度 0 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、15.00 mg/L。混合标准工作液应现用现配。

4 仪器

4.1 离子色谱仪:配电导检测器或紫外检测器。

4.2 高速组织捣碎机:10 000 r/min~12 000 r/min。

4.3 电热恒温水浴锅。

4.4 超声波清洗器。

4.5 0.22 μm 水性样品过滤器。

4.6 固相萃取柱:填料分别为苯乙烯/二乙烯苯共聚物;石墨化非多孔碳;C8 官能团或 C18 官能团。
注:可采用同等性能的其他柱子。

4.7 渗析池:池容量 240 μL ,渗析膜为醋酸纤维,孔径 0.2 μm 。

4.8 天平:精度 $\pm 0.0001\text{ g}$, $\pm 0.01\text{ g}$ 。

5 试样制备

5.1 蔬菜、水果:将新鲜蔬菜、水果用自来水洗净后,再用水冲洗,吸去表面水分。用四分法取可食部分切碎,按比例加入一定量水(橘子、番茄等多汁样品可不加水),制成匀浆,备用。

5.2 粮食及其他植物:除去可见杂质,取有代表性试样 50 g~100 g,粉碎后,过 0.30 mm 孔筛,混匀,备用。

6 分析步骤

6.1 提取

称取 2 g~20 g 试样(精确到 0.01 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 1 mL 氢氧化钾溶液(3.3)和 100 mL(70℃~80℃)热水;置沸水浴中加热 15 min 并间歇摇动(或置超声波中提取 30 min),取出后冷却至室温,然后定量转入 200 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀后静置 10 min,备用。

6.2 净化

6.2.1 方式一:将 6.1 中试样溶液经 0.22 μm 过滤器过滤后,取 3 mL~5 mL 以低于 2 mL/min 的流量过固相萃取柱,弃去前 1 mL 流出液,收集其后的流出液,待测。

6.2.2 方式二:以水为接收液,将 6.1 中试样溶液于渗析池中停留渗析 10 min,留取接收液,待测。
注:接受液的转移时间由于不同仪器管路间的差异,需进行优化。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

6.3.1.1 色谱柱:季铵型聚苯乙烯树脂,粒径 5 μm ,250 mm $\times$ 4 mm(i.d.)或相当者。

6.3.1.2 流动相:1.8 mmol/L 碳酸钠/1.7 mmol/L 碳酸氢钠溶液,用前过 0.45 μm 滤膜,或按各仪器不同选择各自的流动相。

6.3.1.3 流速:1.0 mL/min。

6.3.1.4 再生液:50 mmol/L 硫酸溶液。

6.3.1.5 检测池温度:室温。

6.3.2 试液测定

取等体积试样溶液和标准工作液(3.8),作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值进行定量。标准工作液及试样溶液中的亚硝酸根离子和硝酸根离子响应值均应在仪器检测的线性范围之内。

6.4 空白试验

除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

7 结果计算

试样中亚硝酸盐与硝酸盐的含量以质量分数 w 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times k}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——试样溶液中亚硝酸根离子和硝酸根离子的响应值在标准曲线上对应的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白试验中亚硝酸根离子和硝酸根离子的响应值在标准曲线上对应的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

k ——换算系数,亚硝酸根离子换算成亚硝酸钠的系数为 1.500,硝酸根离子换算成硝酸钠的系数为 1.371;

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

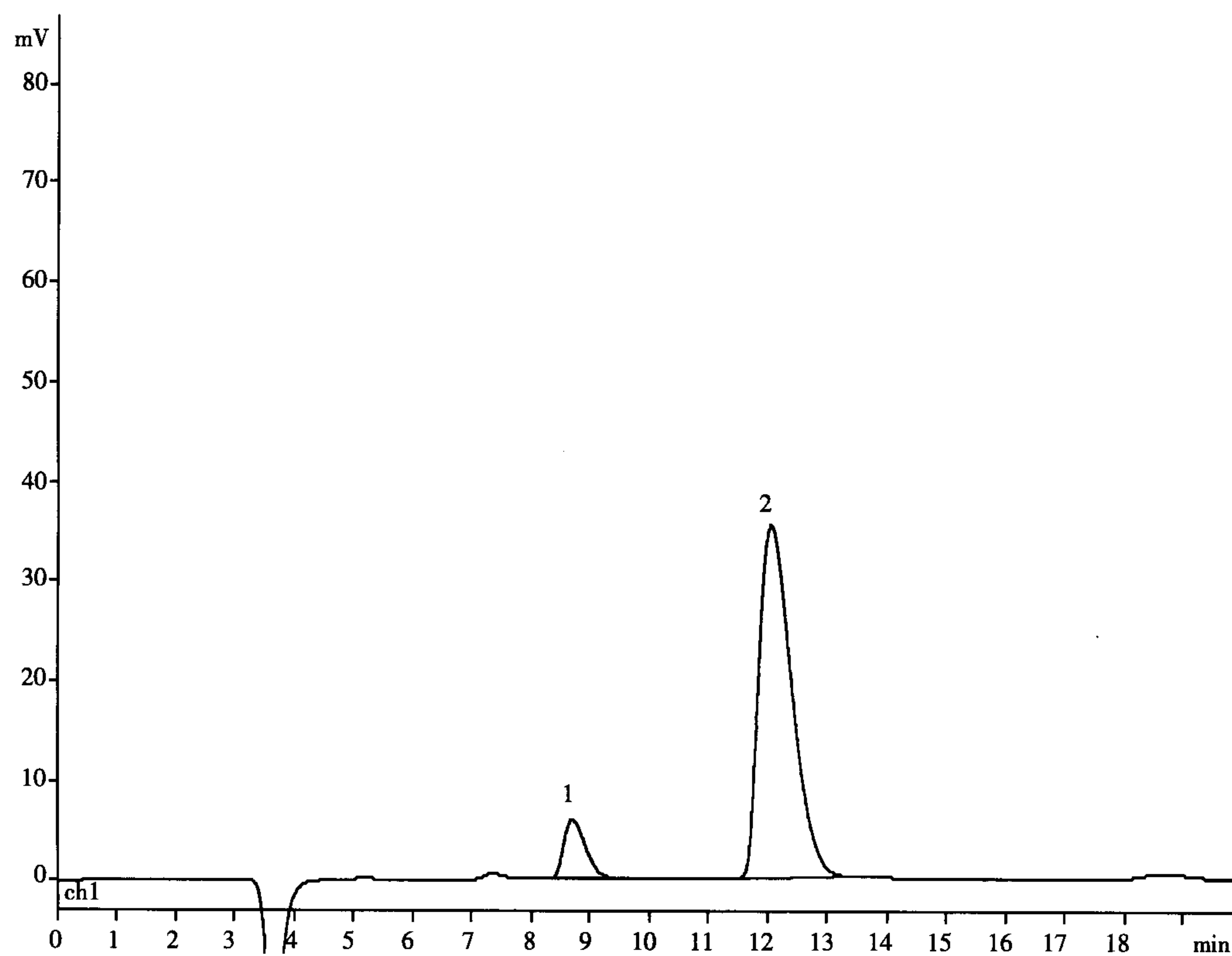
计算结果亚硝酸盐保留二位有效数字,硝酸盐保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10% 情况不超过 5% 为前提。

附录 A
(资料性附录)
标准物质色谱图

亚硝酸根离子和硝酸根离子标准物质色谱图见图 A.1。



1. 亚硝酸根离子
2. 硝酸根离子

图 A.1 亚硝酸根离子与硝酸根离子标准物质色谱图