

ICS 67.180
分类号: X30
备案号: 55588-2016

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5013—2016

食糖中亚硝酸盐的测定

Determination of nitrite in sugars

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国制糖标准化技术委员会（SAC/TC 373）归口。

本标准起草单位：广东省生物工程研究所（广州甘蔗糖业研究所）（国家糖业质量监督检验中心）、广西凤糖生化股份有限公司、广州市华侨糖厂、华南理工大学、中粮屯河崇左糖业有限公司、广东恒福糖业集团有限公司、广西洋浦南华糖业集团股份有限公司、东莞市东糖集团有限公司、南宁糖业股份有限公司、广西农垦糖业集团股份有限公司、广西永鑫华糖集团有限公司、广西博庆食品有限公司、云南英茂糖业（集团）有限公司、广西湘桂糖业集团有限公司、广西贵糖（集团）股份有限公司、广西大学、东莞理工学院、广西陆屋欧亚糖业有限公司、云南力量生物制品（集团）有限公司、云南省永德糖业集团有限责任公司、云南省元江县金珂集团糖业有限责任公司、云南中云投资有限公司、南京甘汁园糖业有限公司、新疆绿翔糖业有限责任公司、博天糖业有限公司、日照市凌云海糖业集团有限公司、营口北方糖业有限公司糖业有限公司、英德市粤北糖业有限公司、新疆伊力特糖业有限公司、全国甘蔗糖业标准化中心。

本标准主要起草人：余娟、贾志忍、李琳、李锦生、肖凌、李家威、李海乔、章科翔、于淑娟、尚明久、陈建津、陈嘉敏、马莹、杨李胜、陈红香、王桂华、陆剑华、甄振鹏、邓倩南、刘学文、陈捷、钟宏星、曾史俊、肖爱玲、陈明周、叶权圣、温林浩、王达洲、何华柱、王俊平、梁逸、王修明、蒙军、焦念民、刘锋、刁晓、邓毅、刘汉德、吴遂、梁争柱、蔡泽祺、马银昌、蔡纯、林水栖、凌宗仁、农光、秦春城、李世平、邹恩龄、温凯、杨新强、李政、周玉生、李国有、李凯、罗新伟、欧阳铸、李俊贵、黄飞荣、平亚军、黄玉明、郭剑雄。

本标准为首次发布。

食糖中亚硝酸盐的测定

1 范围

本标准规定了白砂糖、绵白糖、赤砂糖、冰糖、方糖、冰片糖等食糖中亚硝酸盐的测定方法。

本标准第一法适用于所有食糖中亚硝酸盐的测定；第二法适用于白砂糖、绵白糖、单晶体冰糖等颜色较浅的食糖中亚硝酸盐的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水所用规格和试验方法

3 离子色谱法（第一法）

3.1 原理

食糖试样采用相应的方法提取和净化，以氢氧化钠溶液为淋洗液，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。

3.2 试剂和材料

3.2.1 超纯水：电阻率大于 $18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

3.2.2 氢氧化钠（NaOH）：分析纯。

3.2.3 氢氧化钠淋洗液：由淋洗液自动发生器在线产生或手工配制。

3.2.4 亚硝酸根离子（ NO_2^- ）标准溶液（ 100 mg/L ，水基体）。

3.2.5 亚硝酸盐（以 NO_2^- 计，下同）标准使用液：准确移取亚硝酸根离子（ NO_2^- ）标准溶液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液每 1 L 含亚硝酸根离子 1.0 mg 。

3.3 仪器和设备

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

3.3.2 超声波清洗器。

3.3.3 食物粉碎机。

3.3.4 分析天平：感量为 0.1 mg 和 1 mg 。

3.3.5 离心机：转速不小于 $10\,000 \text{ r/min}$ ，配离心管。

3.3.6 $0.22 \mu\text{m}$ 水性滤膜针头过滤器。

3.3.7 C_{18} 柱净化柱。

3.3.8 注射器： 1.0 mL 和 2.5 mL 。

注：所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L 氢氧化钾和水分别浸泡 4 h ，然后用水冲洗 $3\sim 5$ 次，晾干备用。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样预处理

取 500 g 食糖试样，混匀，按四分法取样，取样量为 100 g 。（冰糖、方糖、冰片糖等块状或片状食糖，则需粉碎后再进行混匀取样。）

3.4.2 提取

取均匀食糖试样 5 g （精确到 0.01 g ），以 30 mL 水溶解后转移至 50 mL 容量瓶中，超声提取 30 min ，每隔 5 min 振摇 1 次。加水稀释至刻度，备用。（如溶液浑浊，经滤纸过滤后，取部分溶液以 $10\,000 \text{ r/min}$

离心5 min, 上清液备用。)

取上述备用液约15 mL, 通过0.22 μm水性滤膜针头滤器、C₁₈柱, 弃去前面3 mL, 收集后面洗脱液待测。

固相萃取柱使用前需进行活化, 如使用OnGuard II RP柱(1.0 mL)¹, 其活化过程为: OnGuard II RP柱(1.0 mL)使用前依次用10 mL甲醇、15 mL水通过, 静置活化30 min。

3.4.3 参考色谱条件

3.4.3.1 色谱柱: 氢氧化物选择性, 可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱, 如 Dionex IonPac AS19 4 mm×250 mm (带 IonPacAG19 型保护柱 4 mm×50 mm)², 或性能相当的离子色谱柱。

3.4.3.2 淋洗液: 氢氧化钠溶液。浓度为 10 mmol/L~50 mmol/L。洗脱梯度为 0 min~10 min, 10 mmol/L; 10 min~25 min, 50 mmol/L; 25 min~30 min, 10 mmol/L。流量 1.0 mL/min。

3.4.3.3 抑制器: 连续自动再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置。

3.4.3.4 检测器: 电导检测器, 检测池温度为 35 ℃。

3.4.3.5 进样体积: 25 μL。

3.4.4 测定

3.4.4.1 标准曲线

移取亚硝酸盐标准使用液, 加水稀释, 制成系列标准溶液, 含亚硝酸根离子浓度为0.00 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L、0.15 mg/L、0.20 mg/L的标准溶液, 从低到高浓度依次进样。以亚硝酸根离子的浓度(mg/L)为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线或计算线性回归方程。六种常见阴离子标准溶液(含亚硝酸根离子)的色谱图参见附录A。

3.4.4.2 样品测定

吸取试样溶液, 在相同工作条件下, 依次注入离子色谱仪中, 记录色谱图。根据保留时间定性, 测量样品的峰面积。

3.5 分析结果的表述

试样中亚硝酸盐(以NO²⁻计)含量按公式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中亚硝酸根离子的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c——测定用试样溶液中的亚硝酸根离子浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

V——试样溶液体积, 单位为毫升(mL);

f——试样溶液稀释倍数;

m——试样取样量, 单位为克(g)。

说明: 试样中测得的亚硝酸根离子含量乘以换算系数1.5, 即得亚硝酸盐(按亚硝酸钠计)含量。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留两位有效数字。

3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不应超过算术平均值的10%。

^{1,2} 给出这一信息是为了方便本标准的使用者, 并不表示对该产品的认可, 如果其他等效产品具有相同的效果, 则可使用这些等效的产品。

4 分光光度法 (第二法)

4.1 原理

食糖试样经处理后,在弱酸条件下亚硝酸盐与对氨基苯磺酸重氮化后,再与盐酸萘乙二胺偶合形成紫红色染料,外标法测得亚硝酸盐含量。

4.2 试剂和材料

除非另有规定,本方法所用试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的二级水或去离子水。

4.2.1 亚铁氰化钾 ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。

4.2.2 乙酸锌 ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

4.2.3 冰醋酸 (CH_3COOH)。

4.2.4 盐酸 ($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

4.2.5 对氨基苯磺酸 ($\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$)。

4.2.6 盐酸萘乙二胺 ($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

4.2.7 亚硝酸钠 (NaNO_2)。

4.2.8 亚铁氰化钾溶液 (106 g/L): 称取 106.0 g 亚铁氰化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL。

4.2.9 乙酸锌溶液 (220 g/L): 称取 220.0 g 乙酸锌,加 30 mL 冰醋酸和适量水溶解,定容至 1 000 mL。

4.2.10 对氨基苯磺酸溶液 (4 g/L): 称取 0.4 g 无水对氨基苯磺酸,用适量体积分数为 20% 盐酸溶液溶解并定容至 100 mL,混匀后置棕色瓶中避光保存。

4.2.11 盐酸萘乙二胺溶液 (2 g/L): 称取 0.2 g 盐酸萘乙二胺,加水溶解后定容至 100 mL,混匀后置棕色瓶中避光保存。

4.2.12 亚硝酸钠标准溶液 (200 $\mu\text{g/mL}$): 准确称取 0.100 0 g 于 110 $^{\circ}\text{C}$ ~120 $^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重的亚硝酸钠,加水溶解移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。

4.2.13 亚硝酸钠标准使用液 (5.0 $\mu\text{g/mL}$): 临用前吸取亚硝酸钠标准溶液 5.00 mL,置于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

4.3 仪器和设备

4.3.1 分析天平: 感量为 0.1 mg 和 10 mg。

4.3.2 分光光度计: 波长范围: 340 nm~1 000 nm。

4.3.3 恒温干燥箱。

4.4 分析步骤

4.4.1 试样的预处理

同 3.4.1。

4.4.2 提取

称取试样 10 g (精确至 0.01 g),以适量水溶解入 100 mL 容量瓶中加入 5 mL 亚铁氰化钾 (4.2.8),摇匀,再加入 5 mL 乙酸锌溶液 (4.2.9),然后加水至刻度,摇匀,放置 30 min,上清液用滤纸过滤,弃去初滤液 10 mL,滤液备用。

4.4.3 亚硝酸盐的测定

吸取 50.0 mL 上述滤液于 50 mL 带塞比色管中。另吸取 0.0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL 亚硝酸钠标准使用液 (相当于 0.0 μg 、0.5 μg 、1.0 μg 、2.0 μg 、3.0 μg 、4.0 μg 、5.0 μg 、7.5 μg 、10.0 μg 亚硝酸钠),分别置于 50 mL 带塞比色管中,加水至 50 mL。于标准管与试样管中分别加入 2 mL 对氨基苯磺酸溶液 (4.2.10),混匀,静置 3 min~5 min 后各加入 1 mL 盐酸萘乙二胺溶液 (4.2.11),加水至刻度,混匀,静置 15 min,用 2 cm 比色皿,以零管调节零点,于波长 538 nm 处测吸光度,绘制标准曲线比较。同时做试剂空白。

4.5 分析结果的表述

亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）的含量按公式（2）进行计算：

$$X = \frac{A_1 \times 1000}{m \times \frac{V_1}{V_0} \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X ——试样中亚硝酸钠的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

A_1 ——测定用样液中亚硝酸钠的质量，单位为微克（ μg ）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

V_1 ——测定用样液体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——试样处理液总体积，单位为毫升（mL）。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

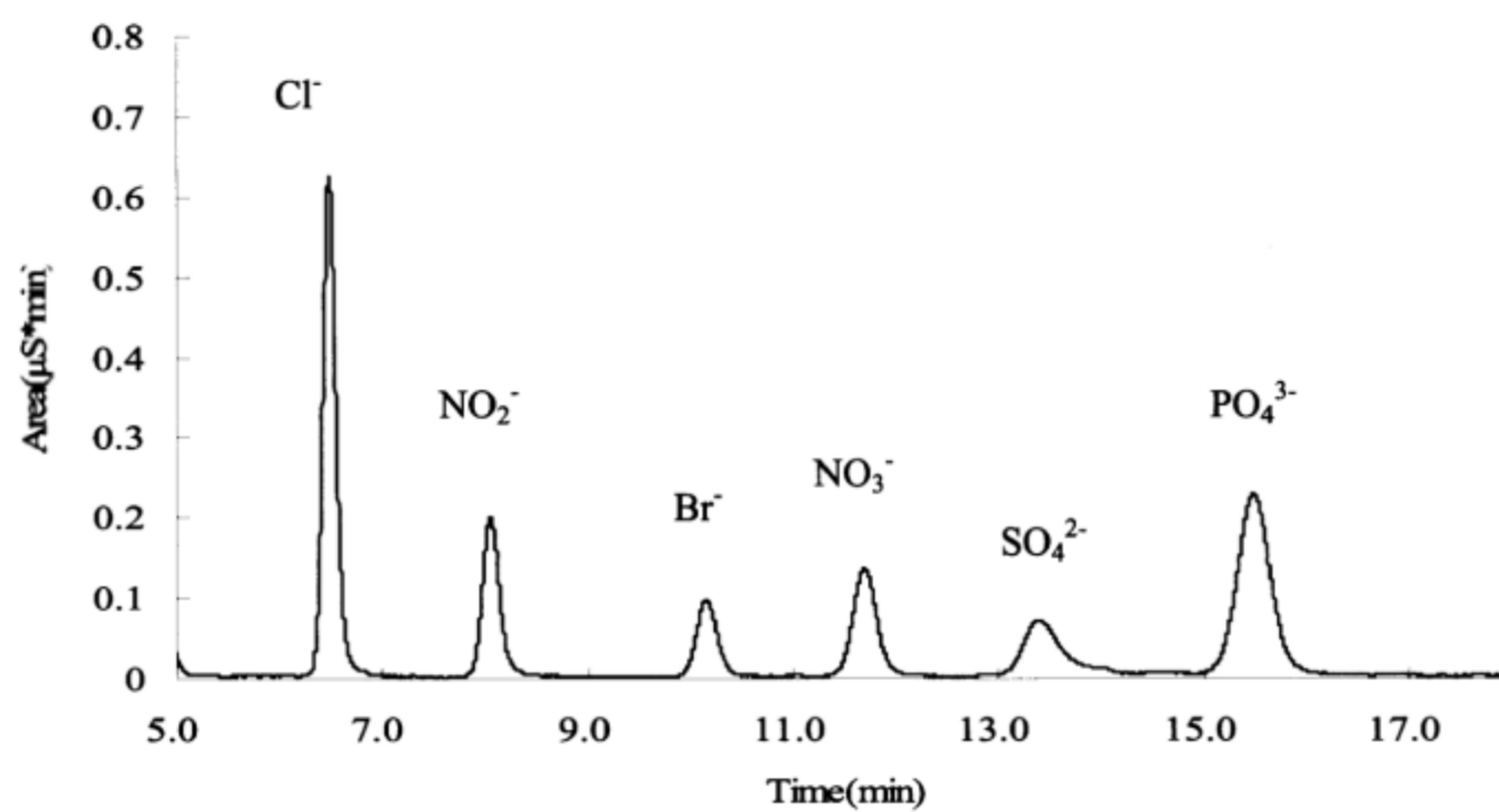
4.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不应超过算术平均值的10%。

4.7 其他

本标准第一法中亚硝酸盐检出限为0.05 mg/kg；第二法中亚硝酸盐检出限为0.1 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
六种常见阴离子标准溶液的色谱图



图A.1 六种常见阴离子标准溶液的色谱图

中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
食 糖 中 亚 硝 酸 盐 的 测 定
QB/T 5013—2016

*

中国轻工业出版社出版发行
地址：北京东长安街6号
邮政编码：100740
发行电话：(010)65241695
网址：<http://www.chlip.com.cn>
Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑
地址：北京西城区下斜街29号
邮政编码：100053
电话：(010)68049923/24/25

*

版权所有 侵权必究
书号：155019·4807
印数：1—200册 定价：18.00元