

# 采用 TSKgel 离子色谱柱参考国标 GB 5009.33-2010 快速分析

## 腌肉中硝酸盐和亚硝酸盐

摘要: 参照 GB/T5009.33-2010《食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》中第一法离子色谱法, 建立凝胶抑制电导检测-离子色谱法快速测定腌肉中硝酸盐和亚硝酸盐的方法。以 7.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub> + 2.0 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 为流动相等度洗脱, 采用东曹公司 TSKgel SuperIC-AZ 色谱柱进行分离。方法在 0.01-2.00mg/L 浓度范围内线性良好, 检出限(S/N=3)为 0.01 mg/L, 测试结果均符合标准要求。

关键词: 离子色谱, 硝酸盐, 亚硝酸盐, 电导检测

硝酸盐和亚硝酸盐作为肉类加工的添加剂, 可防止肉毒杆菌等微生物的破坏, 然而, 亚硝酸盐会在食品或消化系统中形成亚硝胺类致癌物。尽管硝酸盐比较稳定, 但是在微生物的作用下会转化为亚硝酸盐, 因此, 硝酸盐和亚硝酸盐的含量都必须进行监测, 以保证肉产品的质量。常用的检测食品中硝酸盐和亚硝酸盐的方法费时, 且涉及到使用蛋白沉淀或固相萃取等一系列的样品处理步骤。在此, 我们提供一种只需对肉及肉制品进行简单的提取, 然后直接进行色谱分析测定肉及肉制中硝酸盐、亚硝酸盐含量的方法。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

IC-2010 离子色谱仪 (TOSOH, 日本), 配有内置自动进样器, 双通道在线脱气, 内置柱温箱, 凝胶抑制器; 超纯水 (ELGA, 电阻率为 18.2 MΩ·cm), 0.22 μm 水系滤膜 (TOSOH)。无水碳酸钠(优级纯, 上海虹光化工)、碳酸氢钠(优级纯, 上海虹光化工)。固相萃取小柱: ODS 型、SP 型、Ag 柱、0.22 μm 水性滤膜针头滤器 (TOSOH, 日本)。

### 1.2 样品前处理方法:

准确称取腌制肉 0.5 g (精确至 0.01g) 于 25 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 超纯水, 超声波中提取 30 min (每 5 分钟振摇一次), 保持固相完全分散, 于 75 °C 水浴中放置 5 min, 取出放置至室温, 加水稀释至刻度。溶液经过滤纸后, 取部分溶液于 10000 转/分钟离心 15 min, 取上清液备用。将上述备用清液过 ODS 型小柱 弃去前 3 mL, 再过 Ag 柱, 弃去前 3 mL, 收集液过 0.22 μm 水系滤头后再收集, 进行色谱分析。

### 1.3 色谱条件:

色谱柱: TSKgel Super IC-Anion HZ (4.6 mm I.D. ×15cm)

TSKguardcolumn SuperIC-AZ(4.6 mm I.D. ×1cm)

淋洗液: 7.0 mmol/L NaHCO<sub>3</sub> + 2.0 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

柱温: 40 °C

流速: 0.8 mL/min

进样量: 30 μL

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准品分析结果及标准曲线

移取适量的  $\text{NO}_2^-$  和  $\text{NO}_3^-$  标准溶液，加水稀释，配制浓度分别为  $\text{NO}_2^-$  2 mg/L 和  $\text{NO}_3^-$  10 mg/L 的混合溶液，通过 IC-2010 自动进样器的自动稀释后进样，稀释倍数分别为 2, 5, 10, 20, 50、100 得到标准溶液色谱图（图 1），以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线（图 2），计算线性回归方程。

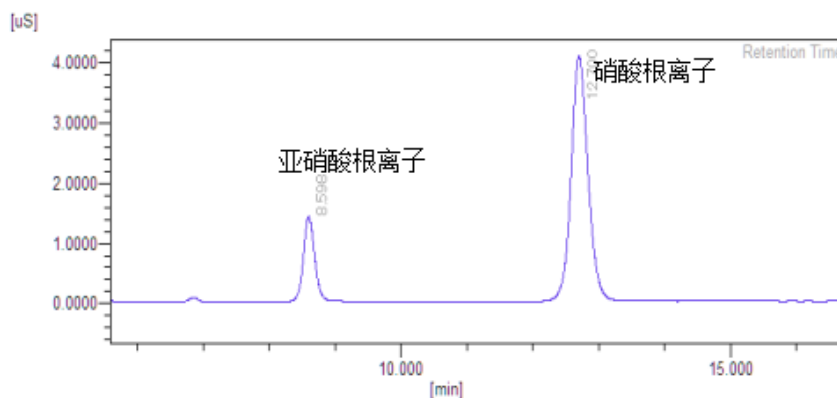


图 1 亚硝酸根和硝酸根离子混合标准溶液电导检测色谱图

CM 检测的线性回归方程如下：

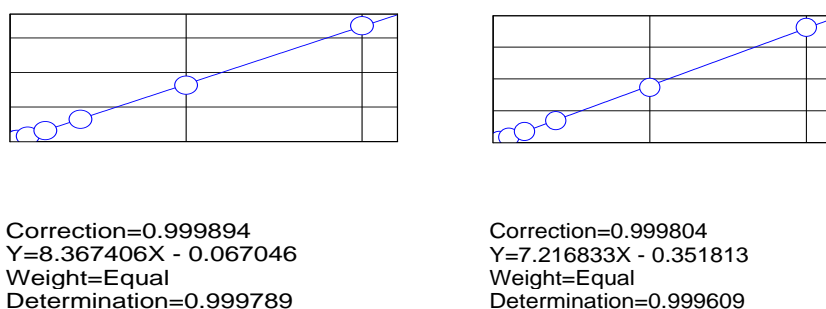


图 2 亚硝酸根和硝酸根离子校正曲线

## 2.2 结果表述

$$X = (c - c_0) * V * f * 1000 / m * 1000$$

式中：

X——试样中亚硝酸根离子或硝酸根离子的含量（mg/kg）

c——测定用试样溶液中的亚硝酸根离子或硝酸根离子的浓度（mg/L）

c<sub>0</sub>——试剂空白液中亚硝酸根离子或硝酸根离子的浓度（mg/L）

V——试样溶液体积（mL）

f——试样溶液稀释倍数

m——试样取样量

## 2.3 样品分析结果及回收率

分别平行称取样品 0.5 g 两次，分离结果见图 3。测试结果见表 1， $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  加标回收率见表 2，结果分别为：82.9% 和 92.6%。

表 1 平行样测试结果

	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> (mg/kg)	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mg/kg)
样品一	6.01	38.09
样品二	6.46	36.78
平均值	6.24	37.44

表 2 样品加标回收率

	本底值 mg/kg	加标测试值 mg/L	换算值 mg/kg	加标值 mg/kg	回收率%
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	6.24	0.29	14.59	10.07	82.9
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	37.44	1.67	84.05	50.33	92.6

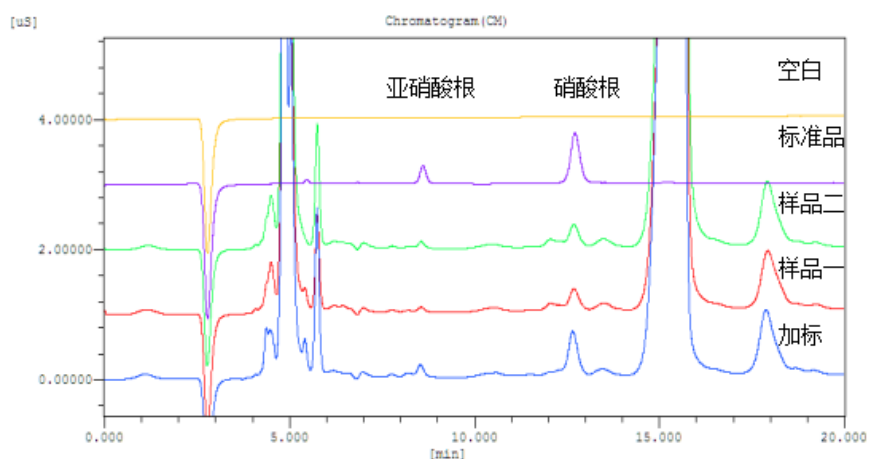


图 3 样品色谱图

## 2.4 检出限

在上述色谱条件下,按 S/N=3 计算 NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 最小检出限浓度分别为 0.01 mg/L 和 0.01 mg/L。

## 3. 结论

采用上述方法可以满足国标 GB 5009.33-2010 对腌肉中的亚硝酸盐和硝酸盐测定要求。