

离子色谱法测定消毒牛乳中的硝酸盐

胡 平, 任永红

(石家庄市卫生防疫站, 河北 石家庄 050011)

关键词: 离子色谱法(ion chromatography); 消毒牛乳(disinfectant milk); 硝酸盐(nitrate)

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2006)01-0106-01 栏目类别: 技术与应用

硝酸盐很容易因细菌作用被还原成亚硝酸盐, 食用后对人体有害。消毒牛乳中往往含有硝酸盐, 国家标准中把它作为消毒牛乳质量的重要指标之一。国家推荐标准的测定方法为化学法^[1], 该法繁琐复杂, 且干扰因素多, 误差较大。将样品沉淀蛋白并离心过滤后, 采用新型 ICS-2000 离子色谱仪测定消毒牛乳中的硝酸盐, 不仅样品前处理简单, 且检测结果准确, 与化学法有较好的一致性。

实验部分

主要仪器与试剂

离子色谱仪: ICS-2000 型, 附带 EG40 淋洗液发生器、100 进样器(美国 Dionex 公司); 离心机: 10 000 转/min; 色谱柱: OnGuard II RP (1 mL)(美国 Dionex 公司); 淋洗液: 1 000 mg/L GBW(E)080264(国家标准物质中心); 乙酸(分析纯), 配制成 3%(体积分数)的溶液于水中(18.3 MΩ·cm)。

离子色谱条件

色谱柱: Dionex IonPac AS11-HC 型阴离子分析柱(4 mm); 保护柱: Dionex IonPac AS11-HC 型阴离子保护柱(4 mm); 柱温: 30℃; 流动相: 30 mmol/L KOH, 流速 1.0 mL/min; 定量环: 25 μL; 抑制器: ASRS-4 mm, 抑制电流 75 mA; 检测器: 电导检测池, 检测池温度 30℃。

样品制备^[2-4]

称取 3.00 g 消毒牛乳于 30 mL 离心管中, 加入适量乙酸使溶液呈酸性, 以去离子水定容至 30 mL, 混匀, 放置 5 min 后, 以 1 000 转/min 的速度离心 10 min, 取上清液通过 0.22 μm 滤膜, 以 4 mL/min 的速度通过预柱(事先依次用 5 mL 10 mmol/L 去离子水以 4 mL/min 的流速处理预柱), 弃去 5 mL 滤液, 收集剩余样品滤液置于样品瓶中进行测定。

结果与讨论

标准工作曲线

将硝酸盐标准溶液配制含 NO₃⁻ 分别为 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 10.0, 20.0, 40.0, 80.0 mg/L 系列标准工作液进行分离, 峰面积(y, μS·min)对 NO₃⁻ 的质量浓度(x, mg/L)进行线性回归, 得方程 $y = 0.0971x - 0.0129$ ($r = 0.9999$)。

组分定性和定量的精密度

将浓度为 3.3 mg/L 的 NO₃⁻ 标准工作液连续进样 10 次, 其保留时间与峰面积的相对标准偏差(RSD)分别为 0.5%, 色谱图见图 1-a。

2.3 方法的检出限

配制 0.5 mg/L 的硝酸盐标准溶液, 进样检测。根据公式 $C_{min} = C(2H_N/H)$ (式中 C 为样品的质量浓度, H_N 为噪声峰高, H 为样品峰高), 计算出硝酸盐的最小检出限 C_{min} 为 0.05 mg/L, 换算成样品浓度为 500 μg/kg, 其灵敏度与化学法^[1] (1.4 mg/kg) 相比提高了 1.8 倍。

2.4 方法的精密度

按照试验方法, 用 3 种含硝酸盐量不同的消毒牛乳进行精密度试验, 其含量的 RSD 均小于 3%, 表明该方法的精密度良好, 色谱图见图 1-b。

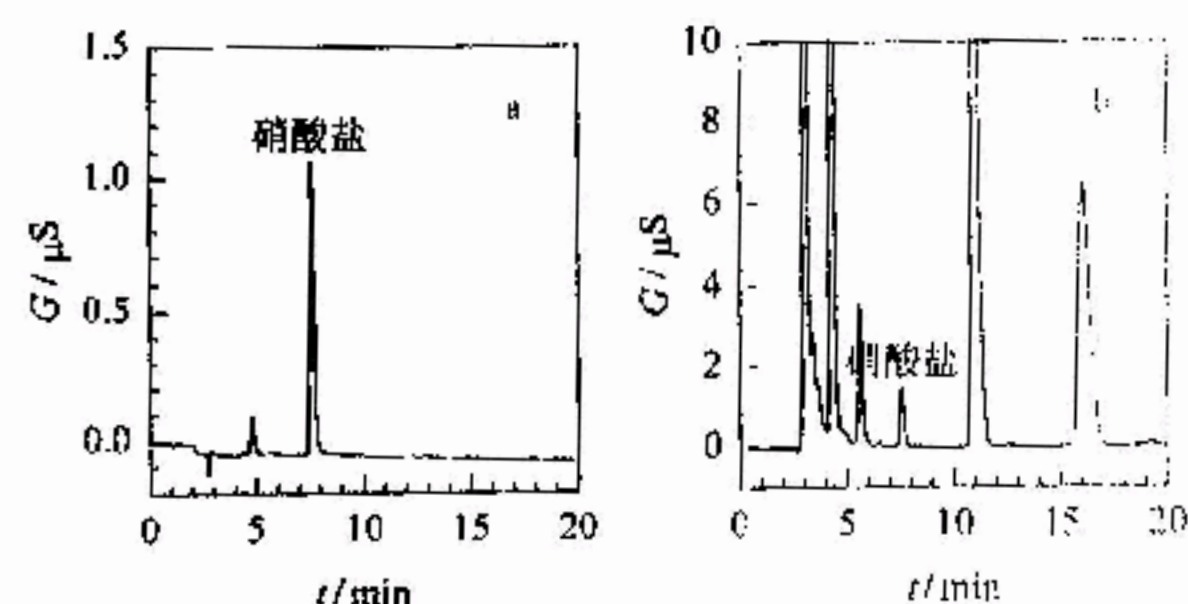


图 1 (a) 硝酸盐标准品和 (b) 样品的色谱图

2.5 方法的准确度试验

加标回收试验 对 5 份不同的样品进行不同浓度水平的加标回收试验, 测定其回收率为 96.8% ~ 107%, RSD 为 1.8% ~ 2.9% ($n = 3$)。

方法验证 采用本法和化学法^[1]对 6 份样品同时测定, 每份样品分别测定 3 次, 结果取平均值(见表 1)。对表 1 的结果进行 t 检验, $t = 2.251$, 查表 $t_{0.05,5} = 2.571$, 所得 $t < t_{0.05,5}$, 故 $P > 0.05$, 说明两法的测定结果之间无显著性差异。

表 1 两种方法测得的 6 个样品中硝酸盐的含量 ($n = 3$) μg/kg

方法	样品号					
	1	2	3	4	5	6
化学法 ^[1]	17.2	5.3	14.5	7.5	9.3	21.1
本文方法	17.9	6.1	13.6	8.6	8.6	21.9

参考文献:

- [1] GB/T 5009.33-2003
- [2] Alonso A, Etzaniz B, Martinez M D. Food Addit Contam, 1992, 9(2): 111
- [3] Eggers N J, Cattle D L. J Chromatogr A, 1986, 354: 490
- [4] Jackson P E, Haddad P R, Dilli S. J Chromatogr A, 1984, 295: 471

收稿日期: 2004-10-15

第一作者: 胡 平, 女, 主管检验师, E-mail: hupingyin2000@yahoo.com.cn.

通讯联系人: 任永红, 女, 硕士, 副主任检验师, E-mail: ren999571@sina.com.