



食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定的样品前处理

1. 试样预处理

- 1.1 **新鲜蔬菜、水果**：将试样用去离子水洗净，晾干后，取可食部切碎混匀。将切碎的样品用四分法取适量，用食物粉碎机制成匀浆备用。如需加水应记录加水量。
- 1.2 **肉类、蛋、水产及其制品**：用四分法取适量或取全部，用食物粉碎机制成匀浆备用。
- 1.3 **乳粉、豆奶粉、婴儿配方粉等固态乳制品(不包括干酪)**：将试样装入能够容纳 2 倍试样体积的带盖容器中，通过反复摇晃和颠倒容器使样品充分混匀直到使试样均一化。
- 1.4 **发酵乳、乳、炼乳及其他液体乳制品**：通过搅拌或反复摇晃和颠倒容器使试样充分混匀。
- 1.5 **干酪**：取适量的样品研磨成均匀的泥浆状。为避免水分损失，研磨过程中应避免产生过多的热量。

2. 提取

- 2.1 **水果、蔬菜、鱼类、肉类、蛋类及其制品等**：称取试样匀浆 5 g（精确至 0.01 g，可适当调整试样的取样量，以下相同），以 80 mL 水洗入 100 mL 容量瓶中，超声提取 30 min，每隔 5 min 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。溶液经滤纸过滤后，取部分溶液于 10 000 转/分钟离心 15 min，上清液备用。
- 2.2 **腌鱼类、腌肉类及其它腌制品**：称取试样匀浆 2 g（精确至 0.01 g），以 80 mL 水洗入 100 mL 容量瓶中，超声提取 30 min，每 5 min 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。溶液经滤纸过滤后，取部分溶液于 10 000 转/分钟离心 15 min，上清液备用。
- 2.3 **乳**：称取试样 10 g（精确至 0.01 g），置于 100 mL 容量瓶中，加水 80 mL，摇匀，超声 30 min，加入 3 % 乙酸溶液 2 mL，于 4 °C 放置 20 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤，取上清液备用。
- 2.4 **乳粉**：称取试样 2.5 g（精确至 0.01 g），置于 100 mL 容量瓶中，加水 80 mL，摇匀，超声 30 min，加入 3 % 乙酸溶液 2 mL，于 4 °C 放置 20 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤，取上清液备用。
- 2.5 **取上述备用的上清液约 15 mL**，通过 0.22 μm 水性滤膜针头滤器、C18 柱，弃去前面 3 mL（如果氯离子大于 100 mg/L，则需要依次通过针头滤器、C18 柱、Ag 柱和 Na 柱，弃去前面 7 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 Cleanert[®] IC-RP 柱（1.0 mL）、Cleanert[®] IC-Ag 柱（1.0 mL）和 Cleanert[®] IC-Na 柱（1.0 mL），其活化过程为：Cleanert[®] IC-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。Cleanert[®] IC-Ag 柱（1.0 mL）和 Cleanert[®] IC-Na 柱（1.0 mL）用 10 mL 水通过，静置活化 30 min。