

食糖中亚硝酸盐的离子色谱法测定

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。

试剂材料：

超纯水：电阻率大于 18.2 M·cm

氢氧化钠 (Na OH)：分析纯。

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。

亚硝酸根离子 (NO₂⁻) 标准溶液 (100 mg/L, 水基体)。

亚硝酸盐 (以 NO₂⁻ 计, 下同) 标准使用液：准确移取亚硝酸根离子 (NO₂⁻) 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

仪器设备：

离子色谱仪：包括电导检测器，配有抑制器，大容量阴离子交换柱，25 L 定量环。

超声波清洗器

食物粉碎机

分析天平：感量为 0.1 mg 和 1 mg

离心机：转速不小于 10 000 r/min，配离心管。

0.22 μm 水性滤膜针头滤器

C18 柱净化柱

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 3~5 次，晾干备用。

色谱条件：

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 Ion Pac AS19 4 mm×250 mm (带 Ion Pac AG19 型保护柱 4 mm×50 mm) 2，或性能相当的离子色谱柱。

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。

抑制器：连续自动再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置。

检测器：电导检测器，检测池温度为 35 °C。

进样体积：25L

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。)

提取

取均匀食糖试样 5 g（精确到 0.01 g），以 30 m L 水溶解后转移至 50 m L 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 r/min 离心 5 min，上清液备用。）

取上述备用液约 15 m L，通过 0.22 μ m 水性滤膜针头滤器、C18 柱，弃去前面 3 m L，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 On Guard II RP 柱（1.0 m L）1，其活化过程为：On Guard II RP 柱（1.0 m L）使用前依次用 10 m L 甲醇、15 m L 水通过，静置活化 30 min。

Surwit

高效液相色谱仪制造商