

# 紫外分光光度法测定蔬菜硝态氮的改进<sup>\*</sup>

卢其明<sup>1</sup> 陈敏<sup>1</sup> 廖宗文<sup>2</sup>

(1 华南农业大学理学院, 广州, 510642; 2 华南农业大学热带亚热带土壤研究室)

**摘要** 将蔬菜样品制成浆液后, 用  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ - $\text{NaHCO}_3$  缓冲溶液及活性炭处理, 再将处理液用  $\text{H}_2\text{SO}_4$  酸化, 用双波长紫外分光光度法测定  $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 。按指定试验条件, 样品加标回收率为 95.6%~103.0%, 与镉柱法比较无显著差异。

**关键词** 蔬菜; 紫外分光光度法; 硝态氮

中图分类号 O 657.32

紫外分光光度法广泛用于环境水样中硝态氮的测定(张金华, 1991), 用于土壤(Norman, 1985)、肥料(游植, 1986)的测定也获得满意的结果。由于蔬菜一般含有大量色素、蛋白质等有机干扰物质, 用紫外分光光度法直接测定有较大困难。常用的方法是用活性炭吸附色素及用多种沉淀剂沉淀蛋白质等干扰物质(何仲复, 1995), 但很容易造成活性炭吸附  $\text{NO}_3^-$  而使结果偏低或有机干扰物质分离不完全而使结果偏高(李天贵等, 1991), 且手续较繁琐。

蔬菜的硝态氮含量严重超标越来越引起人们的重视, 是无公害蔬菜的重要指标之一, 需要经常进行监测分析。与经典的镉柱法、酚二磺酸法相比较, 紫外分光光度法具有操作简单、快速的特点, 更适合于作为常规监测方法。本文在一般紫外分光光度法测定  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  方法的基础上, 探讨测定条件的进一步改进和完善, 使其更适合于蔬菜的常规监测。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器与试剂

岛津 UV-120 紫外可见分光光度计; 家用电动搅拌机; 硝酸盐标准溶液: 称取经 105~110℃烘干 2 h 的  $\text{KNO}_3$  (分析纯) 5.055 g, 溶解定容至 500 mL, 加几滴氯仿防腐, 此为  $100 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  贮备液, 使用前用蒸馏水稀释至  $1 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$  作为  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  使用液; 1%氨基磺酸水溶液;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ - $\text{NaHCO}_3$  缓冲溶液: 将  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液与  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{NaHCO}_3$  溶液 1:1 混合, 此溶液 pH 约 9.8; 活性炭: 粉状, 武汉市凌云化工厂出品, 分析纯。

### 1.2 供试材料

供试叶菜为市售新鲜菜心、韭菜、小白菜、芥兰。

### 1.3 工作曲线的绘制

分别吸取 0、0.5、1、1.5、2、2.5、3 mL  $1 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  标准溶液于 25 mL 比色管, 补充水至总体积约 10 mL, 加入  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液及 0.5 mL 氨基磺酸溶液, 稀释至刻度。15 min 后分别于波长 210 和 275 nm 处测吸光度, 计算  $\Delta A$  ( $\Delta A = A_{210} - A_{275}$ )。

1996-12-26 收稿 卢其明, 男, 33 岁, 讲师, 学士

<sup>\*</sup> 华南农业大学校长基金资助课题

## 1.4 样品测定

称取经洗净、吸干水份、切碎的新鲜叶菜 30 ~ 50 g 于搅拌机内, 加入 120 ~ 200 mL 蒸馏水, 搅成浆液(约需 5 min), 加入消泡剂 1 滴。称取浆液 5 ~ 10 g 于 100 mL 容量瓶, 加水 50 mL, 缓冲溶液 10 mL, 活性炭 1 g, 摇匀, 沸水浴加热 10 min, 取出冷却, 用蒸馏水稀释至刻度, 用干滤纸过滤。取滤液适量, 以下按工作曲线的操作方法测定  $A_{210}$  及  $A_{275}$ , 计算  $\Delta A$ 。

## 2 结果与讨论

### 2.1 活性炭对 $\text{NO}_3^-$ 的吸附量随 pH 的变化

移取  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  贮备液( $100 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶, 按表 1 的量加入  $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液和  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液, 加入活性炭 1.00 g, 稀释至刻度, 摇匀, 转入干燥的烧杯, 用酸度计测定 pH 值。过滤, 取滤液 2 mL 于 25 mL 比色管, 以下按“工作曲线”的操作方法测定吸光度, 计算  $\Delta A$ 。

表 1 不同 pH 时活性炭对  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  的吸附情况比较

编号	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液/mL	$\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液/mL	pH	$\Delta A$	吸附量 <sup>1)</sup> /(%)
1	5	0.00	11.00	0.595	1.1
2	5	1.25	10.42	0.588	2.3
3	5	2.50	9.95	0.578	4.0
4	5	3.75	9.53	0.568	5.6
5	5	5.00	9.22	0.563	6.5
6	5	6.25	9.00	0.551	8.6
7	5	7.50	8.87	0.533	11.5
对照	—	—	—	0.602	0.0

1) 吸附量 = (对照  $\Delta A$  - 不同 pH 下加活性炭时的  $\Delta A$ ) / 对照的  $\Delta A$

结果表明, 在不同量的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  存在(控制溶液 pH)的条件下, 活性炭对  $\text{NO}_3^-$  的吸附量不同。在 pH 9.53 以下时, 活性炭对  $\text{NO}_3^-$  有明显的吸附(吸附量 > 5%), 在 pH 9.95 以上时, 活性炭对  $\text{NO}_3^-$  吸附较少(吸附量 < 5%)。但 pH 值太大时, 有机物质难以分离。依据表 1 反映的变化趋势, 在用活性炭处理叶菜时控制 pH 在 9.7 ~ 10 较为适宜。

与文献(农作物委员会, 1984)前处理方法相比,  $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$  作为缓冲液控制 pH, 缓冲液本身对紫外分光光度法测定的干扰容易排除。吸取少量滤液, 在测定吸光度前用硫酸溶液酸化, 放置几分钟即可完全除去  $\text{CO}_3^{2-}$  和  $\text{HCO}_3^-$ 。

### 2.2 活性炭用量的影响

移取贮备液 ( $100 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶, 加水约 50 mL, 加  $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$  缓冲溶液 10 mL, 分别加入活性炭 0.50、1.00、1.50、2.00 g, 稀释至刻度, 摇动

表 2 不同活性炭用量对  $\text{NO}_3^-$  的吸附量<sup>1)</sup>

活性炭用量/g	$\Delta A$	吸附量/(%)
0.50	0.586	2.6
1.00	0.577	4.2
1.50	0.565	6.1
2.00	0.554	7.9
对照	0.602	0.0

1) 吸附量 = (对照  $\Delta A$  - 不同活性炭用量时的  $\Delta A$ ) / 对照的  $\Delta A$

2 min, 静置 5 min 后过滤, 取滤液 2.00 mL, 以下按“工作曲线”的方法测定  $\Delta A$ , 结果如表 2。

结果表明, 本试验条件下活性炭的吸附量仍不可忽视, 应视待测液中色素等有机干扰物的含量情况尽量减少活性炭的用量。一般叶菜取 1.00 g 较为适宜。

### 2.3 水浴时间的影响

蔬菜浆液在沸水浴中 10 min 以上, 即可观察到浆液中大部分有色物质沉淀下来, 便于过滤分离。本试验选用 15 min 水浴时间。

### 2.4 干扰情况

用紫外分光光度法测定蔬菜  $\text{NO}_3^-$ , 除有机干扰物质外, 干扰最严重的无机离子是  $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{HCO}_3^-$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$  (何仲复, 1995), 其它无机离子的含量不足以干扰测定。 $\text{NO}_2^-$  的干扰可用氨基磺酸溶液消除,  $\text{HCO}_3^-$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$  可用酸化的方法除去。

### 2.5 方法的准确度

取新鲜的蔬菜样品, 同时用镉柱法(农作物分析法委员会, 1984)和本法测定, 结果如表 3。

表 3 镉柱法与紫外分光光度法测定结果比较  $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$

样品	$\text{NO}_3^- - \text{N}$ 的含量		<i>t</i> 检验 (95% 置信水平)
	镉柱法 $\bar{x} \pm S(n)$	紫外分光光度法 $\bar{x} \pm S(n)$	
小白菜	326 ± 2(5)	326 ± 3(5)	无显著性差异
菜心	354 ± 4(5)	359 ± 4(5)	无显著性差异
芥菜	312 ± 4(5)	316 ± 5(5)	无显著性差异

在已知含量的叶菜样品浆液中加入  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  标准溶液, 同样品测定方法测定, 结果如表 4。加标回收率为 95.6% ~ 103.0%。

表 4 紫外分光光度法加标回收结果

样品	样品含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	加入量/ $\text{mmol}$	回收量/ $\text{mmol}$	回收率/(%)
韭菜	342	0.500	0.501	100.2
小白菜	315	0.500	0.481	96.2
菜心	365	0.500	0.515	103.0
萝卜	241	0.500	0.478	95.6
芥菜	338	0.500	0.515	103.0

回收率无明显偏低的趋向, 可能是因为在实际样品测定时, 活性炭对  $\text{NO}_3^-$  的吸附并不象在纯硝酸盐溶液那么严重。用活性炭处理蔬菜浆液时, 可能由于活性炭优先吸附样品中的有机物质, 相对减弱了对  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  的吸附。因此可以认为, 只要有效控制 pH, 使用活性炭即可基本控制有机物质的干扰, 避免使用其它较为繁琐的方法。

## 3 结论

用  $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$  溶液控制 pH 值, 用活性炭处理样品, 差减分光光度法测定叶菜的  $\text{NO}_3^- - \text{N}$ , 手续简便, 准确度较高, 一般可在 2 h 内完成小批量样品的测定, 是一个比较实用的快速测定叶菜  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  的方法。本研究表明, 该法在无有害蔬菜的质量监控方面很有实用价值, 但本法对各种蔬菜的适用性尚需进一步研究。(下转第 112 页)

APPK have properties of bistability in common on transformation of structure. The properties of bistability of PTC and APPK were studied by using non-linear dynamics method. It was suggested that the cause of bistability of PTC laid in intensity and frequency of light, while the cause of bistability of APPK laid in dynamic processes of the reactive system. The threshold conditions of bistability of PTC and APPK were obtained.

**Key words** phytochrome; autophosphorylating protein kinase; bistability; non-linear dynamics

(上接第 106 页)

### 参 考 文 献

- 农作物分析法委员会编. 1984. 栽培植物营养诊断分析测定方法. 邹邦基译. 北京: 农业出版社, 320~325
- 李天贵, 周兆德, 黄启为. 1991. 叶类蔬菜硝酸盐分析方法及测定条件初探. 湖南农学院学报, 增刊, 404~408
- 何仲复. 1995. 蔬菜瓜果鲜样中  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  及  $\text{NO}_2^- - \text{N}$  测定方法的改进. 农业环境保护, 14(1): 46~48
- 张金华. 1991. 紫外分光光度法测定水中硝酸盐的改进. 环境污染与防治, 13(1): 43~45
- 游植. 1986. 紫外分光光度法测定无机硝酸盐肥料氮含量研究. 华南农业大学学报, 7(3): 38~43
- Norman R J. 1985. Determination of nitrate in soil extracts by dualwavelength ultraviolet spectrophotometry. Soil Sci Soc Amer J, 49: 1182~1185

## IMPROVEMENT OF DETERMINATION OF NITRATE NITROGEN IN VEGETABLE WITH UV-SPECTROPHOTOMETRY

Lu Qiming<sup>1</sup> Chen Min<sup>1</sup> Liao Zhongwen<sup>2</sup>

(1 College of Sciences South China Agric. Univ., Guangzhou, 510642;

2 Tropical and Subtropical Soil Research Lab., South China Agric. Univ.)

### Abstract

Samples of vegetable were prepared into a paste which was treated with  $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$  buffer solution and activated carbon, and then acidified with  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .  $\text{NO}_3^- - \text{N}$  was determined with dualwavelength UV-spectrophotometry. Under the given experimental condition, 95.6%~103.0% recovery was obtained in the sample analysis against added standard materials. No significant difference was found when compared with the Cd-column method.

**Key words** vegetable; UV-spectrophotometry; nitrate nitrogen