

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1279—2007

蔬菜、水果中硝酸盐的测定 紫外分光光度法

Determination of Nitrate in Vegetables and Fruits
UV-spectrophotometer

2007-04-17 发布

2007-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、农业部蔬菜品质监督检验测试中心(北京)。

本标准主要起草人：刘肃、杨锚、王敏、王小琴、刘中笑。



蔬菜、水果中硝酸盐的测定 紫外分光光度法

1 范围

本标准规定了用紫外分光光度法测定新鲜蔬菜及水果中硝酸盐含量的方法。

本标准适用于新鲜蔬菜及水果中硝酸盐含量的测定。

本方法检出限为 1.2 mg/kg。

本方法的线性范围为 2.00 mg/kg~12.00 mg/kg。

2 原理

用 pH 9.6~9.7 的氨缓冲液提取样品中硝酸根离子,同时加活性炭去除色素类,加沉淀剂去除蛋白质及其他干扰物质,利用硝酸根离子和亚硝酸根离子在紫外区 219 nm 处具有等吸收波长的特性,测定提取液的吸光度,其测得结果为硝酸盐和亚硝酸盐吸光度的总和,鉴于新鲜蔬菜、水果中亚硝酸盐含量甚微,可忽略不计。测定结果为硝酸盐的吸光度,可从工作曲线上查得相应的质量浓度,计算样品中硝酸盐的含量。

3 试剂

除非另行说明,本方法仅使用确认的分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的至少三级的水。

3.1 盐酸(HCl)。

3.2 氢氧化铵(NH₄OH)。

3.3 氨缓冲溶液(pH=9.6~9.7):量取 20 mL 盐酸(3.1),加入到 500 mL 水中,混合后加入 50 mL 氢氧化铵(3.2),用水定容至 1 000 mL。用精密 pH 计调 pH 到 9.6~9.7。

3.4 活性炭(粉状)。

3.5 正辛醇。

3.6 亚铁氰化钾溶液 { $w[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}] = 15\%$ } :称取 150 g 亚铁氰化钾溶于水,定容至 1 000 mL。

3.7 硫酸锌溶液 [$w(\text{ZnSO}_4) = 30\%$] :称取 300 g 硫酸锌溶于水,定容至 1 000 mL。

3.8 硝酸盐标准溶液:称取 0.203 9 g 经 110℃ ± 5℃ 烘干至恒重的硝酸钾(优级纯),用水溶解,定容至 250 mL。此溶液硝酸根质量浓度为 500 mg/L,于冰箱内保存。

4 仪器和设备

4.1 紫外分光光度计。

4.2 分析天平:感量 0.01 g、0.000 1 g。

4.3 组织捣碎机。

4.4 可调式往返振荡机。

4.5 pH 计,精度为 ±0.01,使用前校正。

5 试样制备

选取一定数量有代表性的样品,先用自来水冲洗,再用水清洗干净,晾干表面水分,用四分法取样,切碎,充分混匀,于组织捣碎机中匀浆(部分少汁样品可按一定质量比例加入等量水),在匀浆中加 1 滴

正辛醇(3.5)消除泡沫。

6 分析步骤

6.1 提取

称取匀浆试样 10 g(准确至 0.01 g)于 100 mL 烧杯中,用 100 mL 水分次将样品转移到 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 氨缓冲溶液(3.3),2 g 粉末状活性炭(3.4)。在可调式往返振荡机上(200 次/min)振荡 30 min,加入亚铁氰化钾溶液(3.6)和硫酸锌溶液(3.7)各 2 mL,充分混合,加水定容至 250 mL,充分摇匀,放置 5 min,用定量滤纸过滤。同时做空白实验。

6.2 测定

根据试样中硝酸盐含量的高低,吸取上述滤液 2 mL~10 mL 于 50 mL 容量瓶内,用水定容。用 1 cm 石英比色皿,于 219 nm 处测定吸光度。

6.3 工作曲线的配制

分别吸取 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 和 1.2 mL 硝酸盐标准溶液(3.8)于 50 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀,此标准系列溶液硝酸根质量浓度分别为 0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 和 12.0 mg/L。用 1 cm 石英比色皿,于 219 nm 处测定吸光度,以标准溶液质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 结果计算

样品中硝酸盐含量以质量分数 w 表示,数值以毫克每千克(mg/kg)计,按公式(1)计算:

$$w = \frac{\rho \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \quad \text{..... (1)}$$

式中:

w ——样品中硝酸盐含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——从工作曲线中查得测试液中硝酸盐质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——提取液定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——吸取滤液体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——待测液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留到整数位。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%,以大于这两个测定值的算术平均值的 5%情况不超过 5%为前提。

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据见附录 A。

附录 A
(资料性附录)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

表 A.1 统计结果

样品的标识	苹果	番茄	柑橘	菜豆	白菜	黄瓜	萝卜
参加实验室的数目	4	4	4	4	4	4	4
可接受结果的数目	4	4	4	4	4	4	4
平均值,mg/kg	63	138	244	557	699	743	1 342
真值或可接受值, mg/kg	/	/	/	/	/	/	/
重复性标准差(S_r)	1.27	2.34	6.31	4.65	7.92	6.43	8.25
重复性变异系数, %	2.02	1.70	2.59	0.83	1.13	0.86	0.61
重复性限(r) $2.8 \times S_r$	3.56	6.55	17.7	13.0	22.2	18.0	23.1
再现性标准差(S_R)	3.52	11.9	24.5	6.12	16.4	22.6	18.9
再现性变异系数, %	5.59	8.62	10.0	1.10	2.34	3.03	1.41
再现性限(R) $2.8 \times S_R$	9.86	33.3	68.7	17.1	45.8	63.1	52.8