卫生理化检验资料

辽宁省卫生防疫站编

1980年12月

目　　录

水中氰化物测定的方法……………………………沈阳市卫生防疫站　高贵春（1）

白酒中甲醇的测定气相色谱法……………………沈阳市卫生防疫站　常桂荣　赵晶（6）

镉柱还原法测粮食蔬菜硝酸盐氮……………沈阳市卫生防疫站　黄贞子　高贵春（11）

饮水中硫酸盐测定方法…………………………锦州市卫生防疫站　李树林（17）

渣土中镉的测定方法……………………………锦州市卫生防疫站　李树林（20）

用脂肪酸鉴定玉米质量……………………………………旅大市卫生防疫站（23）

工业废水中硝基化合物测定法………………辽宁省卫生防疫站　张春明　刘桂兰（28）

食用油的残留溶剂测定法……………………………………马家骧　刘国祥（33）

蔬菜水果中敌百虫残留量测定…………………………………………张淑琴（39）

食品中糖精和苯甲酸的TLC法……………………………………………李昆山（43）

食品中糖精比色测定法的改进……………………………………………李昆山（50）

生物材料中总汞的测定法………………………………………翟永信、贾淑英（52）

毛发中铅镉的测定…………………………………翟永信、关惠兰、卢桂华（56）

水中氯乙烯单体分析法……………………………………………………卢桂华（66）

水中芳烃硝基化合物的薄层法……………………………………马家骧　马玉笙（72）

土壤及大气飘尘中多环芳烃的分离测定…………………………马家骧　徐茂婵（78）

饮用水中苯并（a）芘测定法………………………………………马家骧　刘　敏（92）

苯并（a）芘测定法…………………………………………………马家骧　马玉笙（97）

饮用水中挥发性氯代烃测定法……………………………………姜树秋　于孔宪（104）

大气中有机氯杀虫剂捕集与测定…………马家骧　吴作舟　省劳研所程连弟（113）

直接上部气体法测定水中挥发性有机污染物质……………………姜淑秋、周桦（122）

毛发中砷的测定方法（砷化氢气化——原子吸收分光光度法）

……………………………………………………翟永信、郑俊荣、关惠兰（125）

水中氰化物测定的新方法

沈阳市卫生防疫站　高贵春

水中微量氰化物定量，常用的有吡啶联苯胺法，吡啶吡唑酮法，二法原理相同，灵敏度高，干扰少。但吡啶具有毒性和恶臭、联苯胺又系致癌物质．为取代吡啶，国内外都有一些研究〔3〕〔4〕。我国《地面水、工业废水监测检验方法》（征求意见稿）曾推荐了异烟酸吡唑酮法〔3〕，该法不用吡啶和联苯胺试剂．也较灵敏、但由于PH对呈色敏感，条件不易控制，重现性较差。尤其在分析污水中氰化物时，要蒸馏处理、用氢氧化钠吸收，当用醋酸中和时PH波动较大，引起测定值有较大误差。

为克服这些缺点，在中和时，选择了酚酞为指示剂；参考渡边等的报导〔5〕、用简便方法制备了中性的异烟酸钠呈色试剂；在较高缓冲容量条件下呈色，用长光程比色皿测量、结果满意、且确定了测定条件。

本法对1微克氰化物、重复九次测定，其标准差为0.025微克、变异系数，2.6%，若按本法蒸馏取水样，最低检测浓度可达0.002毫克/升。

试　　剂

1、氰化物标准溶液：称取2.52克分析纯氰化钾溶于1000毫升蒸馏水中。此液约相当于1毫克/毫升氰。取此溶液10毫升于三角瓶中，加2毫升1%氢氧化钠溶液及0.1毫升试银灵指示剂、用0.0192N标准硝酸银溶液（1.00毫升＝1.00毫克CN^-）滴定到由黄变橙为终点。计算出准确浓度后、取此液用0.1%氢氧化钠溶液稀释成1毫升＝0.0010毫克CN^-的标准溶液。（用前现稀释）

2、0.5M磷酸缓冲溶液（PH6.6）：称取34.0克磷酸二氢钾及35.5克磷酸氢二钠，加500毫升水，溶解后加水到1升。

3、1%氯胺T溶液：称取1克氯胺T（含量12—13%，以有效氯计），加水100毫升使其溶解，临用前配制。

4、异烟酸钠溶液：称取1.7克异烟酸于三角瓶中，加入50毫升1%氢氧化钠溶液，混合，若有较多异烟酸不溶时，则继续边摇动边加氢氧化钠溶液，直到仅有极少量不溶为止（此时PH近中性）如碱过量应以稀醋酸中和到中性。

5、呈色试剂：称取0.25克1—苯基—3—甲基—5—吡唑啉酮溶于20毫升二甲基甲酰胺中，溶解后与上述异烟酸溶液混合，再加水到100毫升。

6、0.1%酚酞指示剂。

7、1%氢氧化钠溶液。

8、1：1醋酸溶液。（取36%醋酸与水等体积混合）

9、50%酒石酸溶液

10、0.05%甲基橙指示剂。

11、硝酸锌溶液：称取15.0克硝酸锌溶于蒸馏水中，稀释到1升。

分 析 步 骤

1、水样处理：取250毫升水样（或适量水样用水稀释到250毫升）于500毫升玻璃蒸馏器中，放数粒玻璃珠，加数滴甲基橙指示剂，用酒石酸溶液调节溶液颜色由黄到橙红（PH4—5），加10毫升硝酸锌溶液，蒸馏，用5毫升1%氢氧化钠溶液吸收（蒸馏器接收毛细管要插入液面下），收集馏出液50毫升。

测定：取蒸馏液20毫升（含CN^-不超过10微克）于50毫升比色管中，加酚酞指示剂1滴，滴加1：1盐酸中和到指示剂刚刚无色；加磷酸缓冲液5毫升、氯胺T溶液0.5毫升，混匀，室温（约25℃）放置5分钟，再加入呈色试剂5毫升混匀，室温（约25℃）放置30分钟，于640毫微米、3厘米比色皿测定。同时做空白试验。绘制标准曲线时，取标准液不同量以0.1%氢氧化钠溶液补充到20毫升，同法呈色。

实 验 部 分

一、最大吸收波长

用氰化物标准溶液，按"测定"步骤呈色后，在不同波长下测其消光值，绘制吸收曲线，见图1。

加入呈色试剂后溶液经红、红紫等变化到呈稳定兰色。其最大吸收波长为640毫微米。

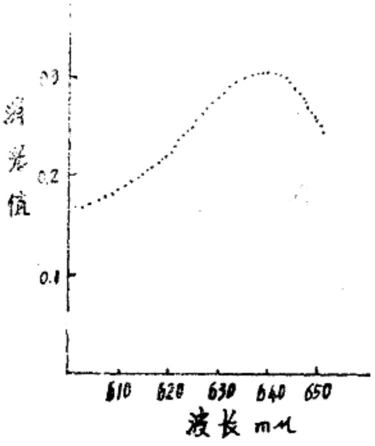


图1

二、缓冲溶液量对呈色的影响

蒸馏处理的水样，中和操作较难控制到一定PH值，采取酚酞指示剂，配合适当缓冲容量的缓冲液有可能保持PH值具较好的稳定。我们取同量标准溶液，加入相当于吸收溶液量的碱溶液，中和后，加入不同量缓冲溶液，呈色后观察其呈色情况。结果如表1所示。

表1 **缓冲溶液量对呈色的影响**

管 号	0	1	2	3	4	5
缓冲液（毫升）	0.0	2.0	4.0	5.0	6.0	7.0
消光值	0.205	0.282	0.265	0.271	0.270	0.265

可见，缓冲溶液加入量小时，缓冲作用差消光值波动较大，当缓冲液量超过4.0毫升时，溶液具有一定缓冲容量、能保持PH在一定范围的稳定性，其消光值基本一致，故总体积为30毫升时，含0.5M磷酸溶液不得少于4毫升，以5毫升为宜。

三、氯胺T量对呈色的影响

用相同量的氰标准液（0.5μg）加入1%氯胺T不同量，观测其呈色情况、结果如图2。

氯量对呈色影响较大。量小呈色浅，量大有混浊；必须用有效氯含量为12—13%的氯胺T配制试验溶液才好。呈色时添加1%氯胺T溶液0.5毫升（取25毫升水样时）为宜。

四、呈色试剂量与呈色的关系

用含1微克氰化物的溶液，加入5毫升缓冲液，按测定步骤呈色后，测其消光值，如图3。

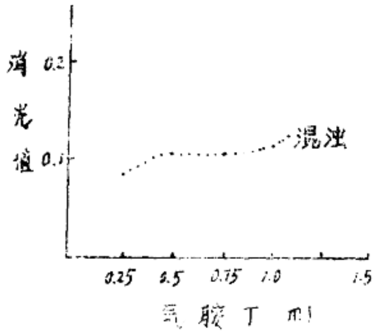


图2

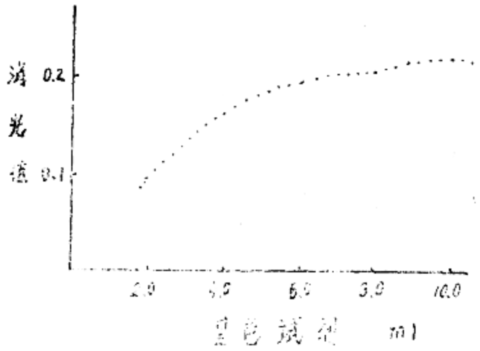


图3

由图看出，随呈色试剂量的增加、颜色变深，消光值增大，当呈色试剂量为4～7毫升时呈色基本一致，本法加入呈色试剂5毫升时，能满足呈色要求。

五、呈色反应温度与时间

用标准溶液按测定步骤，在不同温度下呈色，加入呈色试剂后间隔一定时间测定一次消光值，得到图4所示结果。

结果表明、温度高，达最大呈色时间短、但稳定性差；温度低，呈色慢、稳定时间长，25℃、30分钟可达最大呈色，一般室温即能满足此要求，选定室温、30分钟较为适宜。

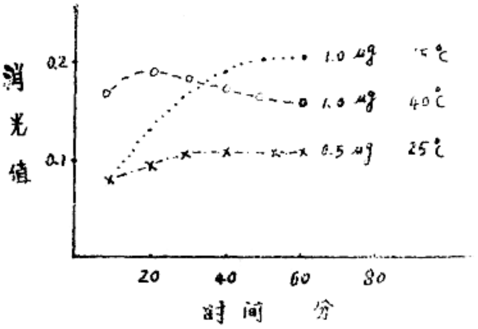


图4

试读结束：需要全本请在线购买： www.ertongbook.com

六、标准曲线、精密度

用不同量氰化物标准溶液，按测定步骤呈色，用3厘米比色皿，于640毫微米波长测消光值、绘制标准曲线如图5。

按本法操作条件，0.25—2.0微克/25毫升符合比尔定律,线性较好。又对1微克标准液，重复九次测定，标准差S＝0.025微克，变异系数为2.6%；空白消光值0.016，若按本法蒸馏取水样、其最低检出浓度可达0.002毫克/升。

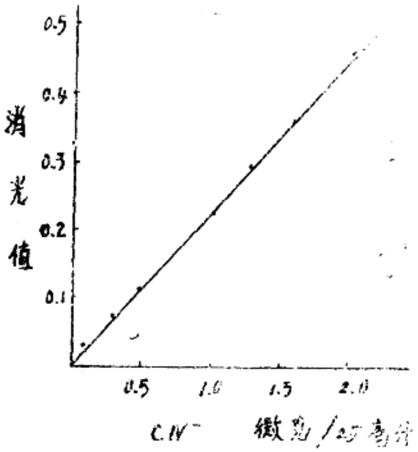


图5

七、回收率试验

向水样中添加一定量的氰化物标准溶液，按样品操作步骤测定，以标准曲线查得其量计算回收率，结果见表2

表2　**回收率试验结果**

水样	氰化物加入量（微克）	氰化物回收量（微克）	回收率（%）
张士 4#	2.50	2.28	91.2
张士 8#	〃	2.38	95.2
张士 9#	〃	2.22	88.8
张士 7#	〃	2.49	99.6
张士 11#	〃	2.44	97.6
张士 11#	〃	2.33	93.2
二道河子	〃	2.12	84.8
平均	〃		92.9

用于水样测定，平均回收率为92.9%能满足微量氰化物测定要求。

讨　　论

1、本法所用异烟酸钠试剂，配制简便，溶液呈中性；试剂浓度较高提高了方法灵敏度。

2、用0.5M磷酸盐缓冲液，其缓冲容量大，容易保持PH值稳定性，测定重复性较好。

3、本法不使用吡啶联苯胺，室温条件（25℃）反应良好，且有与吡啶联苯胺法

一样的灵敏度和精密度。

4、反复操作九次，含1微克氰化物溶液其标准差为0.025微克、变异系数2.6%，若按本法蒸馏操作，最低检出浓度可达0.002毫克/升。用于样品测定回收率达92.9%

参 考 文 献

1、中国医学科学院卫生研究所《水质分析法》180、人民卫生出版社（1972）

2、JIS K 0102（1974）《工场排水试验方法》

ε、中国医学科学环境卫生监测站《地面水，工业废水监测检验方法》（征求意见稿）141（1976）

4、石井惠一郎，岩本武治，山西一彦《分析化学》22、448（1973）。

5、渡边章、伊東一洋、平古场郎：《分析化学》26、505（1977）

白酒中甲醇的测定—气相色谱法

沈阳市卫生防疫站理化检验科　常桂荣　赵晶

白酒中甲醇的测定，常用品红亚硫酸比色法，气相色谱法亦有应用，但所见报导很少。文献报导其它样品中的甲醇色谱测定法，采用聚乙二醇类固定液为多，我们曾试用于白酒中甲醇的测定，由于大量乙醇存在，分离效果差，乙醇拖尾现象严重，分析样品时间长，效率低，对大量样品缺乏实际意义。为提高分离效果，缩短分析时间，我们对色谱条件进行了探讨。经过固定相的筛选，认为有机担体401固定相分离白酒中甲醇和乙醇效果好。该法可直接进样，比现用的化学法简便，快速，灵敏，准确，重现性好。在色谱仪基本普及的情况下，尤其对大量样品具有实际意义。现将所拟方法及实验结果报告如下。

一、仪器与试药

1、SP—2305E型气相色谱仪；

2、容量瓶，50毫升；

3、比色管，10毫升；

4、微量注射器，5、10微升；

5、甲醇：（没有色谱纯用分析纯代用）

6、无甲醇的乙醇：色谱检查。

二、色谱操作条件：

鉴　定　器：氢火焰离子化鉴定器。

色　谱　柱：不锈钢柱　内径4毫米，长2米。

担　　　体：有机担体—401　60—80目（上海产）

载气流速：100毫升/分

氢气流速：（60毫升/分）

空气流速：500毫升/分

色谱柱温度：130℃（实际温度）

进样口温度：100℃（表头温度）

鉴定器温度：140℃（表头温度）

灵　敏　度：高阻3档，衰减30档。

三、测定步骤：

1．绘制标准曲线：

用10毫升吸管，吸取6.35毫升分析纯甲醇于50毫升容量瓶中，用60%乙醇溶液稀释到刻度即为10%(W/V)甲醇浓溶液，然后配成含不同浓度的甲醇工作液：0.01%

图 2

0.025%、0.05%、0.075%、0.1%、0.15%、0.2%、用乙醇溶液为空白溶液，分别进样一微升标准溶液和空白溶液，测量峰高值为纵坐标，甲醇的百分浓度为横坐标绘制标准曲线。如图 1

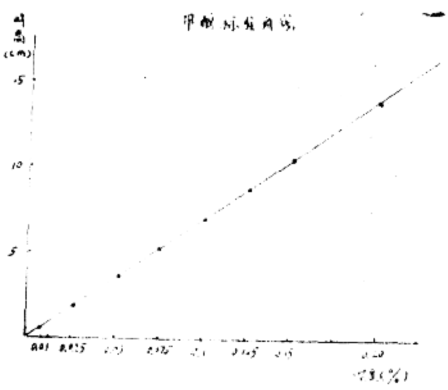


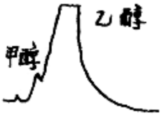
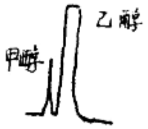
图 1

2、样品测定：用微量注射器，吸取一微升酒样，定量注入色谱仪，按其峰高值在标准曲线上查出甲醇含量。每次测样品后用某一浓度标准液和空白液进行校准。即用被测样的峰高和标样的峰高比值就可求其中甲醇含量。样品色谱如图2。

计　　算

$$\text{被测样甲醇\%} = \frac{\text{测定样品峰高}}{\text{标准样的峰高}} \times \text{标样浓度}$$

表 1

色　谱　柱	甲醇保留时间乙醇出峰时间	色　谱　图
1　聚乙二醇—400 101担体60—80（目）	甲醇 9 分 乙醇 9 分55秒	
2　聚乙二醇—400/101 BB氧二丙晴/6201 （1∶1）60—80	甲醇 5 分 乙醇 5 分30秒	
3　巳二酸乙二醇巨酯和吐 温80/101担体60—80（目）	甲醇 3 分15秒 乙醇 2 分30秒	
4　有机担体—401/60—80 （目）	甲醇42秒 乙醇1.15秒	

四、实 验 部 分

1、色谱柱选择：

根据被分析物质的极性等特点，选择4种色谱柱进行实验如表1、

由表1结果可见有机担体—401色谱柱在本实验条件下分离效果好，时间快，最低检出浓度为0.005%。灵敏度能满足要求，我们认为该柱用以白酒中甲醇测定较好。

2、载气流速的选择：

对同一浓度甲醇标准溶液，在载气流量25毫升到100毫升条件下观察其响应值（峰高表示）结果如表2

表2

载 气 流 量（毫升/分）	响 应 值（峰高厘米）
25	0.63
40	2.4
55	4.7
75	6.6
100	7.0

实验证明、随增加载气流量而灵敏度明显提高认为载气流量95毫升到100毫升都可得满意结果。

3、柱温的选择：

用同一浓度甲醇，改变柱温由80℃—170℃其响应值（峰高）有明显的改变见表3

表3

柱 温℃	峰 高（厘米）	柱 温℃	峰 高（厘米）
170	14.6	120	5.1
160	12.6	110	4.6
150	11.2	100	3.3
140	9.5	90	2.2
130	7.6	80	1.4

结果表明，柱温升高，峰高值增大其灵敏度提高，但在170℃乙醇出峰亦较快，具有严重的拖尾现象，使分析时间延长。为此在保证分离效果和灵敏度情况下，确定柱温为130℃为宜。

4、空气和氢气流速的选择：

氢火焰鉴定器，空气量和氢气量之间对灵敏度有影响，见表4

表 4

载气流量毫升/分	空气流量(毫升/分)	氢气流量(毫升/分)	响应值(峰高厘米)
100	500	(45)	5.9
100	500	70	6.0
100	500	58	6.5
100	700	70	7.8

实验证明，载气流量固定100毫升/分，空气流量为500毫升/分，氢气流量为60毫升/分合适，氢气流量增加到70毫升响应值不但没提高反而下降。空气和氢气流量增加时，响应值增加但噪声增加。

5、添加实验：

把一定量甲醇标准液加入白酒样品中，按其测定步骤，测其锋高，计算其回收率为97%

原酒样中甲醇量%	填 加 量%	测 定 结 果%	回 收 率 %
0.078	0.1	0.170	92
0.029	0.1	0.124	95
0.032	0.1	0.130	98
0.033	0.1	0.134	97
0.024	0.1	0.127	103
0.020	0.1	0.111	94
0.028	0.1	0.126	98
平均回收率			97

6、重现性实验：

对0.1%浓度甲醇标准溶液重复10次测定其峰高值为58.0，62.0，62.0，60.0,63.0 59.0，60.5，61.5，58.5，58.0毫米，平均峰高60.25毫米，其标准差为1.83毫米，变异系数为3%，重现性较好

7、讨论：

① 本文确立了白酒中甲醇的测定方法。用该法直接进样1.0微升，其最低检出浓度为0.005%，分析时间仅5分钟。

② 本法的平均回收率达97%，对0.1%浓度甲醇溶液重复10次测定，重现较好，平均峰值为60.25毫米，标准差为1.83毫米，变异系数为3%

③ 本法可选色谱柱在老化24小时，基线稳定就可进样。

试读结束：需要全本请在线购买： www.ertongbook.com

参 考 资 料

1、 “卫生化学检验”—北京市卫生防疫站 1974、
2、 “国外气相色谱分析选辑”山东防疫站 1974、
3、 “气相色谱手册”、科学院 1977、
4、 “分析化学” 1，1977。

镉柱还原法测定粮食和蔬菜中的硝酸盐氮

沈阳市防疫站理化科　黄贞子　高贵春

蔬菜、粮食、肉类等食品中常含有一定量的硝酸盐。硝酸盐在一定条件下，能够转变成亚硝酸盐。亚硝酸盐和自然界里普遍存在的仲胺结合成亚硝胺类物质，具有强致癌作用。所以作为亚硝胺的前身物质，亚硝酸盐和硝酸盐的测定越来越受到重视。

测定食品中硝酸盐常采用的酚二磺酸法，灵敏度低，干扰较多。我们参考有关资料采用镉柱还原法测定粮食和蔬菜中的硝酸盐，得到了比较满意的结果。本方法灵敏度高，操作方便，适合于测定一般食品中的硝酸盐含量。

一、原　　理

硝酸盐在PH9的条件下通过镉柱几乎定量地还原为亚硝酸盐。亚硝酸盐和对氨基苯磺酸反应生成重氮盐，再与萘乙二胺偶合生成紫红色的偶氮染料。样品中原有的亚硝酸盐，可以直接测定扣除。

本法测定范围为1—400毫克/公斤NO_3^-—N

二、仪　　器

1、72型分光光度计

2、恒温水浴

三、试　　剂

1、0.5N氢氧化钠溶液。

2、12%硫酸锌（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）溶液。

3、10%醋酸氨缓冲溶液：称取100克分析纯醋酸铵溶解在900毫升水中，用10%氨水调PH为9，最后加水至1000毫升。

4、1%醋酸铵缓冲溶液：10%醋酸铵缓冲溶液稀释十倍

5、对氨基苯磺酸溶液：称取0.5克对氨基苯磺酸用100毫升1：1的盐酸溶解。

6、盐酸萘乙二胺溶液：称取0.12克盐酸萘乙二氨（N—甲萘基盐酸二氨基乙烯）用蒸馏水配制成100毫升溶液．贮于棕色瓶内（放冰箱内可保存两周）．

7、亚硝酸钠标准溶液：优级纯亚硝酸钠放入硫酸干燥器中干燥24小时。称取0.4930克亚硝酸钠，溶于煮沸放冷的蒸馏水，稀释至1升，此液为标准原液，吸取10毫升标准原液用蒸馏水稀释至100毫升，再吸取2毫升稀释液和10毫升10%缓冲液用蒸馏水稀释至100ml。此液为标准使用液。

1毫升＝0.2微克NO_2^-—N

8、硝酸钾标准溶液：优级纯硝酸钾在110℃干燥4小时，称取0.7221克硝酸钾溶于水，稀释至1升。此液为标准原液。吸取10毫升原液用蒸馏水稀释至100毫升，再取10毫升稀释液和10毫升10%缓冲溶液。用水稀释至100毫升。

1毫升＝1微克No_3^-——N

9、5%硫酸镉溶液。

10、锌棒（分析纯）

11、0.1N盐酸溶液。

四、镉柱的制作

大烧杯中注入1000毫升5%硫酸镉，放入2—3根锌棒。每隔1—2小时脱掉锌棒表面上的海棉状金属镉。6—8小时后，取出金属镉用水充分冲洗几次，然后在水面下研成粒度为20—40目的镉粒。镉粒用稀盐酸浸泡4小时，除掉气泡，最后装入如图1所示的层析柱内。柱的下端放入少许玻璃棉，充填高度为15厘米。要注意整个操作都不应接触空气。镉柱不使用时，用稀缓冲液浸泡。使用之前，用40毫升盐酸、40毫升水40毫升稀缓冲液依次冲洗。

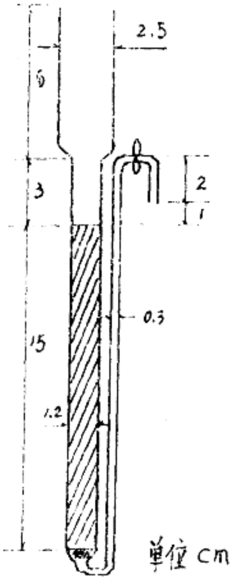


图1

2、镉柱的活化

经过使用，镉柱还原力降低时，应按下法活化：用100毫升0.1N盐酸以5—10毫升/分的速度过柱，再用40毫升水和40毫升稀缓冲溶液同样过柱。经还原力检定合格，可以重新使用。

3、还原力的检定：

i）还原：取20毫升硝酸盐标准溶液（1毫升＝1微克NO_3^-—N）以5毫升/分的速度过柱，流出液收集于100毫升容量瓶中。标准溶液流完后，再加入稀缓冲溶液同样过柱，收集流出液于同一容量瓶中。直到100毫升刻度混匀，作为标准流出液。另取20毫升稀缓冲液按上法过柱，得空白流出液。

ii）测定：取20毫升标准流出液及空白流出液于25毫升比色管中。各加1毫升对氨基苯磺酸溶液，混匀，再加1毫升盐酸萘乙二胺溶液，加水至刻度混匀，放置二十分钟。以空白管调零点，用540毫微米波长测定硝酸盐标准管的光密度值为ANo_3。另外，直接取20毫升亚硝酸盐标准溶液（1毫升＝0.2微克NO_2^-—N）和稀缓冲溶液同法呈色。以缓冲液管调零点，测定亚硝酸盐标准管的光密度值为ANo_2。

$$还原力=\frac{ANo_3}{ANo_2}\times 100\%$$

还原力为95%以上可以使用。

五，样品处理：

取10.0克切细样品（含量高，取样量适当减少）放入烧杯中，加入适量温水充分混合，然后定量地移到200毫升容量瓶中，液量约为150毫升。加10毫升0.5N氧化钠溶液和10毫升12%硫酸锌溶液充分混合．于80℃水浴加热20分钟。取出容量瓶，冷至室温，加浓缓冲液20毫升，再加水至刻度，混匀，放置十分钟，用干燥滤纸过滤，滤液为样品溶液。同时取10毫升水同样操作制备空白溶液。

六，亚硝酸盐氮测定

1、亚硝酸盐标准曲线的绘制

分别取0、2.0、5.0、10.0、15.0、20.0毫升亚硝酸钠标准溶液于五支25毫升比色管中，用稀缓冲液补充容量至20毫升。各加1毫升对氨基苯磺酸溶液充分混合，再加1毫升盐酸萘乙二胺溶液．加水至刻度混匀，放置二十分钟。以空白管调零，用540毫米波长测定各管的光密度值。以浓度为横座标，光密度值为纵座标绘标准曲线。

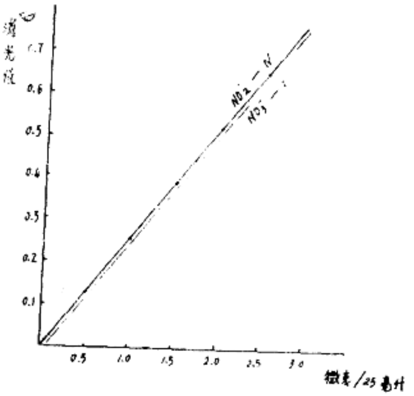


图2

2、样品中亚硝酸盐的测定

取20毫升制备好的样品溶液和空白溶液于25毫升比色管中，按“亚硝酸盐标准曲线的绘制”呈色。同时，另取20毫升样品溶液加1毫升（1：1）盐酸溶液，不加其他呈色试剂，加水至刻度。以蒸馏水调零，分别测定三个管的光密度值．从样品管的光密度值减去空白管和未发色的样品管的光密度值，再从曲线上查得所相当的亚硝酸盐氮的微克数。

A＝A样－（A空＋A末）

A样—样品管的光密度值

A空—空白管的光密度值

A末—不加呈色试剂的样品管的光密度值．

3．结果计算

$$亚硝酸盐氮含量（毫克/公斤）=\frac{A所相当的微克数}{W\times\frac{V}{200}}$$

W＝样品重（克）

V＝测定时吸取的样品溶液的毫升数

七．硝酸盐的测定

1、硝酸盐标准曲线的绘制

绘制标准曲线直接使用“还原力检定”中所得标准流出液和空白流出液。取0、

2.0、5.0、10.0、15.0、20.0毫升硝酸盐标准流出液，注入25毫升比色管中，均用空白流出液补充液量至20毫升。然后按“亚硝酸标准曲线的绘制”呈色、测定，绘制出硝酸盐标准曲线。当还原力为100±2.5%，可以直接用亚硝酸盐标准曲线，不必绘制硝酸盐标准曲线。曲线亦见图2。

2、样品中硝酸盐的测定

i）还原：取20毫升样品溶液和空白溶液，按“还原力检定”操作，通过镉柱，得样品流出液和空白流出液。

ii）测定：取20毫升样品流出液与空白流出液于25毫升比色管中，按“亚硝酸盐的测定”呈色。以空白管调零，用540毫微米波长测定样品管的光密度值A。从曲线上查得A所相当的硝酸盐氮的微克数。

3、结果计算

$$\text{硝酸盐氮含量（毫克/公斤）}=\frac{\text{A 所相当的微克数}}{W\times\frac{V_1}{200}\times\frac{V_2}{100}}-\text{亚硝酸盐氮含量}$$

W—样品重量（克）

V_1—还原时用的样品溶液的毫升数。

V_2—测定时用的样品流出液的毫升数。

八、方 法 说 明

1、将海棉状金属镉在水下直接研磨容易变成粉末状。加入少许盐酸，轻轻压一下，分成所需粒度后再研磨，效果比较好。制好的镉粒具有金属光泽，呈灰白色。黑而冒气泡的镉粒不适合装柱。镉粒大小为20—40目较好。细镉粒不影响还原力，但使流速变慢。

2、镉柱太短，还原力容易降低，因此必须保持一定的柱长。经我们实验，按上法制成的镉柱，一次活化后，连续测定十次，其还原力几乎没有改变。结果如表1。

表1　　镉柱还原力测定结果

测定次数	光密度值	测定次数	光密度值
1	0.540	8	0.542
2	0.545	9	0.538
3	0.542	10	0.545
4	0.550	X	0.542
5	0.542	标准差	0.0036
6	0.540	变异系数	0.66%
7	0.539		

2ug/25ml　2厘米比色槽

3、含有蛋白质等有机物的样品溶液，使镉柱还原力逐渐降低。所以测定过程中应

经常进行还原力的检定。一般情况下，一次活化后连续处理十个样品，还原力没有变化。

4、流速过快，硝酸盐还原得不完全，流速过慢，影响效率。一般5—7毫升/分的速度较合适。

5、文献记载硝酸盐的还原要在PH9.0的条件下进行。经我们实验，PH 8—9范围内，硝酸盐可以全部还原成亚硝酸盐。

表2　　　　PH 对还原力的影响

PH 值	PH 7	PH 8	PH 8.5	PH 9
光密度值	0.505	0.541	0.545	0.543
还原力	91.7%	98.3%	99.1%	99.0%

6、蒸馏水不应含有硝酸根。一般去离子水可以满足要求。

7、测定时，样品溶液不带颜色，可以直接用空白液调光度计零点测定样品溶液的消光值。如果样品溶液带颜色。必须按照操作测定样品溶液本身的消光值。

8、样品溶液硝酸盐含量过高，可以适当减少测定时吸取的样品流出液量或者减少还原时所吸取的样品溶液的毫升数。

本法测定范围较宽，亚硝酸盐氮0.2—80毫克/公斤，硝酸盐氮1—400毫克/公斤。

9、本方法的缺点是隔柱的制作费时麻烦，但一经作成，可长期使用。镉柱类似离子交换柱，可以反复活化、反复使用。

10、部分样品中硝酸盐的回收实验。

表3　　　　各种蔬菜中硝酸盐氮的回收率

编号	样品名称	加入量	回收量	回收率
1	茄子	100毫克/公斤	95毫克/公斤	95%
2	黄瓜	〃	98 〃	98%
3	云豆	〃	94 〃	94%
4	洋葱	〃	99 〃	99%
5	土豆	〃	106 〃	106%
6	云豆	〃	98 〃	98%
平均				96.7%

试读结束：需要全本请在线购买： www.ertongbook.com