

溴酸钾—酸性铬蓝 K 体系 催化分光光度法测定水样中痕量 NO_2^-

金 芳

(苏州市环境科学研究所, 江苏 苏州 215004)

摘 要: 介绍了一种在稀硫酸介质中, 应用 NO_2^- 对溴酸钾氧化酸性铬蓝 K 褪色反应的催化作用, 测定环境水样中痕量 NO_2^- 的方法。方法检测限为 0.0028 mg/L , 相对标准差 ($n = 6$) 小于 2.6% , 加标回收率在 $91\% \sim 105\%$ 之间。

关键词: 亚硝酸根; 催化分光光度法; 水质

中图分类号: O 657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2001)06-0028-02

Catalytic Spectrophotometric Determination of NO_2^- in Environmental Water Samples Using Potassium Bromate- Acid Chrome Blue K Serial

JIN Fang

(Suzhou Environmental Science Institute, Suzhou, Jiangsu 215004, China)

Abstract: Catalytic spectrophotometric determination of NO_2^- in environmental water samples using potassium bromate- acid chrome blue K serial was research in medium of thin sulfuric acid. Detection limit was 0.0028 mg/L , relative standard deviation ($n = 6$) was less 2.6% , sampling recovery rate was between $91\% \sim 105\%$.

Key words: Nitrite; Catalytic spectrophotometry; Water quality

NO_2^- 是环境水体中必测的项目之一^[1], 因为 NO_2^- 与水样中的芳胺、甲酰胺反应能生成致癌物质亚硝胺, 有害于人体的健康。应用分光光度法测定水样中 NO_2^- 已有亚硝化法^[2]、重氮化法^[1,3] 和氧化百里酚蓝催化光度法^[4]。今在文献[4]基础上, 提出一种在稀硫酸介质中, NO_2^- 对溴酸钾氧化酸性铬蓝 K 褪色反应有催化作用而进行测定的方法。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

GBC916 型紫外可见分光光度计; 1.0 mg/L NO_2^- 标准溶液; 0.05 mol/L KBrO_3 溶液; 0.5 g/L 酸性铬蓝 K 溶液。

1.2 试验方法

吸取 1.0 mg/L NO_2^- 标准溶液 2.0 mL 于 25 mL 比色管中, 依次加入 0.2 mol/L 硫酸溶液和 0.5 g/L 酸性铬蓝 K 溶液各 1.5 mL , 0.05 mol/L KBrO_3 溶液 2.0 mL , 用去离子水定容, 摇匀。在

$(85 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中加热 10 min (用秒表计时), 迅速取出并立即用流水冷却终至反应。以水为参比, 用 1 cm 比色皿在 526 nm 波长处测定吸光值 A , 同时配制试剂空白, 测定空白吸光值 A_0 , 计算 $\lg(A_0/A)$ 。

2 结果与讨论

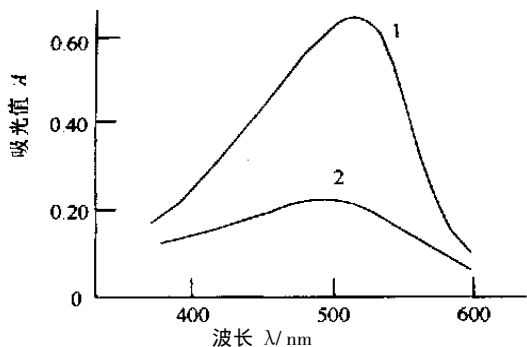
2.1 吸收光谱

按试验方法配制酸性铬蓝 K + H_2SO_4 和酸性铬蓝 K + H_2SO_4 + KBrO_3 + $2.0 \mu\text{g}$ NO_2^- 两组溶液体系 (25 mL) 并试剂空白, 在分光光度计 $400 \text{ nm} \sim 600 \text{ nm}$ 波长范围内进行扫描, 所测得的两种吸收曲线见图 1。

从图 1 可见, 两条曲线的最大吸收波长和曲线轮廓基本相同, 而曲线 2 峰高降低较大, 表明 NO_2^-

收稿日期: 2001-05-17; 修订日期: 2001-07-23

作者简介: 金 芳, (1962-), 女, 江苏苏州人, 助理工程师, 大专, 已发表论文 2 篇。



1—酸性铬蓝K+ H₂SO₄;

2—酸性铬蓝K+ H₂SO₄+ KBrO₃+ 2.0 μg NO₂⁻

图1 吸收光谱曲线

对这种褪色反应有着明显的催化作用。此法选择测定波长为526 nm。

2.2 标准曲线

按试验方法对NO₂⁻标准系列溶液进行测定,并以lg(A₀/A)对CNO₂⁻作标准曲线。试验表明,NO₂⁻浓度在0 mg/L~0.16 mg/L范围内呈良好的线性关系,相关系数为0.999。对0.034 mg/L和0.061 mg/L NO₂⁻两种溶液连续测定6次,相对标准差小于2.6%。检测限按照连续测定20次空白的标准差3倍计,为0.0028 mg/L。对各水样加标0.04 mg/L和0.06 mg/L,测得加标回收率在91%~105%之间。

2.3 试剂用量

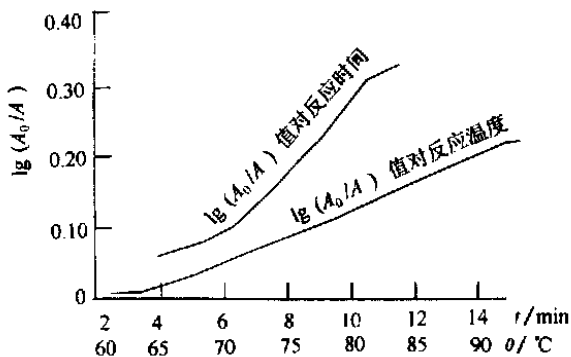
对试剂用量进行试验,发现0.2 mol/L硫酸溶液1.5 mL,0.5 g/L酸性铬蓝K溶液1.5 mL和0.05 mol/L KBrO₃溶液2.0 mL,对NO₂⁻测得吸光值最大且稳定。

2.4 反应温度及时间的影响

试验表明,催化反应温度在60℃~95℃之间,反应速度随温度增加而增加,反应时间在4 min~10 min内,lg(A₀/A)与反应时间呈线性关系(见图2)。试验选择加热温度(85±0.5)℃,用秒表计时,加热时间10 min,立即用水冷却5 min,终止催化反应,150 min内lg(A₀/A)值恒定。

2.5 共存离子干扰试验

在0.06 mg/L NO₂⁻溶液中,共存离子为60 mg/L的K⁺、Na⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Cd²⁺、NO₃⁻、SO₄²⁻和PO₄³⁻,30 μg/L的Zn²⁺、Pb²⁺、Ni²⁺、Co²⁺和Cl⁻,15 μg/L的Cr⁶⁺和Mn²⁺,0.2 mg/L的Fe³⁺、Hg²⁺和Mo⁶⁺对测定基本没有影响。如水样中Fe²⁺含量较高,可加入10 g/L氟化钠溶液2 mL消除其干扰。



酸性铬蓝K+ H₂SO₄+ KBrO₃+ 2 μg NO₂⁻

图2 反应温度及反应时间的影响

2.6 水样的测定

取适量的清洁地表水、湖水和深井水进行加标回收试验,回收率在91%~105%之间。又与文献[1]方法的测定结果进行对照,证明此法测定结果准确可靠,且分析简便快速。

[参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第3版,北京:中国环境科学出版社,1989. 260.
- [2] 马卫兴. 紫外光度法测定肉制品中的亚硝酸根[J]. 分析试验室,1995,14(3):44.
- [3] 李建平,黎明. 亚硝酸根对氨基苯磺酸-H 酸偶联反应体系光度法测定亚硝酸根的研究[J]. 分析试验室,1995,14(5):22.
- [4] 徐茂田,瞿鹏,黄华伟. 溴酸钾氧化百里酚蓝催化光度法测定痕量硝酸根[J]. 理化检验(化),1999,35(8):359.

本栏目责任编辑 李延嗣

• 简讯 •

第6次全国环境监测学术交流会在成都召开

2001年10月9日~12日,中国环境科学学会环境监测专业委员会“第6次全国环境监测学术交流会”在四川省成都市召开。出席会议的有各地方环境监测站、有关高校和部分行业监测分析人员,美国康州大学环保所和罗德岛大学的学者也参加了此次大会。环境监测专业委员会主任魏复盛院士在会上作了“抓住机遇、迎接挑战、快出成果、多出人才”的专题报告,四川省环境保护局谢天副局长到会并讲话。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2001年第9期