

羊角铺水源水中极微量 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 的测定

周继红

(河北工程大学城市建设学院, 河北 邯郸 056038)

摘要: 建立了自制浮选器富集、分光光度法测定羊角铺水源水中痕量亚硝酸盐氮的方法, 介绍了试验的注意事项。方法在 $0 \mu\text{g/L} \sim 4.00 \mu\text{g/L}$ 范围内线性良好, 检出限为 0.0002 mg/L , RSD 为 $2\% \sim 4\%$, 加标回收率为 $94.0\% \sim 108\%$ 。

关键词: $\text{NO}_2^- - \text{N}$; 分光光度法; 水质

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2008)05-0036-02

Determination of Trace $\text{NO}_2^- - \text{N}$ in the Yangjiaopu Source Water

ZHOU Jihong

(Institute of Urban Construction, Hebei University of Engineering, Handan, Hebei 056038, China)

Abstract The method was established for determination of trace $\text{NO}_2^- - \text{N}$ in the Yangjiaopu source water by enrichment of selfmade floatation machine and spectrophotometry. The attention for operation was given. The good linear relations were obtained in range from $0 \mu\text{g/L}$ to $4.00 \mu\text{g/L}$. The detection limit was 0.0002 mg/L , RSDs $2\% \sim 4\%$, recoveries $94\% \sim 108\%$.

Key words $\text{NO}_2^- - \text{N}$; Spectrophotometry; Water quality

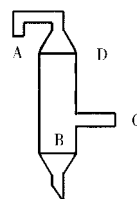
亚硝酸盐氮 ($\text{NO}_2^- - \text{N}$) 是氮循环的中间产物。亚硝酸盐进入人体后, 可将低铁血红蛋白氧化成高铁血红蛋白, 使其失去输送氧的能力, 还可与仲胺类反应生成具有致癌性的亚硝胺类物质。水中亚硝酸盐氮的测定方法有离子色谱法、气相分子吸收光谱法、乙二胺分光光度法等^[1-6], 其中光度法灵敏度高, 选择性好, 但对于痕量物质测定有一定难度。今采用离子浮选富集分光光度法测定邯郸市峰峰羊角铺水源井水中痕量亚硝酸盐氮, 设备简单、价廉, 试剂易得, 操作简便, 灵敏度和准确度均符合水质分析要求, 尤其适用于一些仪器配置较落后的基层单位。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

自制浮选器, 其结构示意图见图 1; 721 型分光光度计; 500 mL、25 mL 烧杯; 50 mL 比色管。

50.0 mg/L 亚硝酸盐氮标准贮备液: 称取 0.2463 g 于干燥器中放置 24 h 的亚硝酸钠, 溶于



A——泡沫排出管; B——半熔融玻璃板; C——排水管; D——磨口盖。

图 1 浮选器结构示意图

纯水并稀释定容至 1000 mL, 加 2 mL 氯仿保存; 1.00 mg/L 亚硝酸盐氮标准使用液: 取亚硝酸盐氮标准贮备液 2.00 mL, 用纯水定容至 100 mL; 20 g/L 对-氨基苯磺酸酰胺溶液: 称取 2.0 g 对-氨基苯磺酸酰胺溶于 100 mL 10% 盐酸溶液; 10 g/L 盐酸 N-(1-萘基)-乙烯二胺溶液: 称取 1.0 g 盐酸 N-(1-萘基)-乙烯二胺溶于 100 mL 纯水, 贮于棕色瓶中, 于冰箱内保存, 可稳定数周, 如变为深棕

收稿日期: 2008-03-13 修订日期: 2008-06-02

作者简介: 周继红 (1970-), 女, 河北邯郸人, 副教授, 硕士, 从事环境工程科研与教学工作。

色则应重配; 10 g/L 十二烷基硫酸钠 (SDS) 溶液: 称取 10 g SDS 慢慢转移至约盛有 0.9 L 水的烧杯中, 用磁力搅拌器搅拌至完全溶解, 用水定容至 1 L; 丙酮、正丙醇、盐酸, 分析纯。

1.2 方法原理

在 pH 值 2~2.5 条件下, 水中亚硝酸盐与对-氨基苯磺酰胺起重氮化作用, 再与盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺产生偶合反应, 生成紫红色偶氮染料。此偶氮染料与阴离子表面活性剂 SDS 形成离子缔合物, 可用 SDS 作浮选剂兼起泡剂浮选。

1.3 试验方法

取 500 mL 羊角铺水源水于 500 mL 烧杯中, 加 5 mL 20 g/L 对-氨基苯磺酰胺溶液、1.5 mL 10 g/L 盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺溶液, 混匀, 放置 10 min 后加 1.5 mL 丙酮、2 mL 10 g/L SDS 溶液。将溶液倾入浮选器中, 以约 230 mL/min 的流量从浮选器下端通入氮气, 将溢出的泡沫收集于盛有 6 mL 正丙醇的小烧杯中, 收集 10 min, 将小烧杯中的溶液转移到 50 mL 比色管中, 加 2 mL 浓盐酸和纯水至刻度, 混匀, 于 540 nm 波长下, 用 3 cm 比色皿, 以试剂空白作参比, 测量吸光值。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线与检出限

配制 0 $\mu\text{g/L}$ ~4.00 $\mu\text{g/L}$ 亚硝酸盐氮标准溶液系列, 按上述方法测量吸光值, 以吸光值对质量浓度绘制标准曲线, 回归方程为 $y = 0.198x + 0.001$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

对空白溶液测定 10 次, 根据国际理论与应用化学联合会光谱化学分会公布的最低检出限公式 $C_L = 3S_0/S$ 求得方法检出限为 0.0002 mg/L。

2.2 精密度试验

取不同质量浓度的亚硝酸盐氮标准溶液作精密度试验, 结果见表 1。

表 1 精密度试验结果 ($n = 4$)

样品	$\rho(\text{NO}_2^- - \text{N})$		吸光值		标准偏差	RSD/%	
	$/(mg \cdot L^{-1})$						
1	0.250	0.050	0.052	0.051	0.050	0.0010	2.0
2	0.500	0.100	0.096	0.098	0.105	0.0039	3.9
3	1.00	0.206	0.192	0.197	0.208	0.0075	3.7
4	2.00	0.394	0.380	0.424	0.398	0.0184	4.6

2.3 加标回收试验

取羊角铺水源水作加标回收试验, 结果见表 2。

表 2 加标回收试验结果

样品	本底值	加标量	加标后测定值	回收率
	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	%
1	1.75	0.500	2.25	100
		1.00	2.80	105
2	1.55	0.500	2.03	96.0
		1.00	2.63	108
3	1.33	0.500	1.80	94.0
		1.00	2.40	107
4	0.400	0.500	0.870	94.0

2.4 干扰试验

取 1 μg 亚硝酸盐氮, 加入各种离子观察对测定的影响, 结果表明, 100 mg/L Ca^{2+} 、 SO_4^{2-} , 50 mg/L Mg^{2+} , 20 mg/L $\text{NO}_3^- - \text{N}$, 0.5 mg/L Fe^{3+} 均未见干扰。

2.5 注意事项

(1) 绘制标准曲线时, 应按操作步骤加入相应试剂, 同时注意用试剂空白代替蒸馏水作参比, 来调节仪器零点, 以消除由于吸收池器壁及溶剂对入射光的反射和吸收带来的误差。

(2) 为提高测量精度, 每次测定均需绘制标准曲线, 且范围应覆盖被测样品的质量浓度。

(3) 测定前应用标准溶液检查仪器的灵敏度, 待读数稳定后再测定。

[参考文献]

- [1] 奚旦立, 孙裕生, 刘秀英. 环境监测 [M]. 3 版. 北京: 高等教育出版社, 2004.
- [2] 华东理工大学化学系, 四川大学化工学院. 分析化学 [M]. 5 版. 北京: 高等教育出版社, 2003.
- [3] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 3 版. 北京: 中国环境科学出版社, 1989.
- [4] 齐文启, 孙宗光, 边归国. 环境监测新技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [5] KAZEM ZADEH A, ENSAFI A. Sequential flow injection spectrophotometric determination of nitrite and nitrate in various samples [J]. Analytica Chimica Acta, 2001(442): 319-326.
- [6] 刘金吉. N-(1-萘基)-乙二胺光度法测定水中亚硝酸盐氮预处理方法的改进 [J]. 环境监测管理与技术, 2005, 17(1): 44.