甲基蓝褪色分光光度法测定 $\text{NO}_2^- - \text{N}$

谢 嵘, 陈运生

(淮北市环境监测站, 安徽 淮北 235000)

中图分类号: X832

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2002)05-0037-01

《水和废水监测分析方法》(第3版)中测定水样 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 采用 N-(1-萘基)-乙二胺分光光度法和离子色谱法。如用甲基蓝测定 $\text{NO}_2^- - \text{N}$, 利用 NO_2^- 在酸性介质中使甲基蓝褪色的反应原理, 在最大吸收波长 603 nm 处, 褪色程度随 NO_2^- 浓度增加而变浅, 从而建立测定 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 的新方法^[1]。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

F 721 分光光度计; 0.25 mg/mL $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 标准储备液, 置冰箱内保存; 1 mg/L $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 标准使用液, 使用当天配制; 4×10^{-5} mol/L 甲基蓝溶液; 0.25 mol/L 盐酸溶液。

1.2 测定步骤

1.2.1 标准曲线绘制

分别吸取 1 mg/L $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 标准使用溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 于 25 mL 比色管中, 依次加入甲基蓝溶液 3.0 mL, 盐酸 3.0 mL, 用水稀释至刻度并摇匀, 放置 25 min。以水作参比, 用 1 cm 比色皿在 603 nm 处测定吸光度。该法最低检出质量浓度约为 0.025 mg/L (吸光度 0.01 对应的浓度)。

1.2.2 样品测定

取适量水样于 25 mL 比色管中, 以下操作步骤同标准曲线绘制, 同时作空白试验。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

分别吸取 1 mg/L $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 标准使用溶液 0.0 μg、4.6 μg 于 25 mL 比色管中, 按样品测定显色, 以水为参比, 用 1 cm 比色皿在不同波长下测定吸光度, 其有色溶液的最大吸收波长为 603 nm。

2.2 盐酸加入量影响

按样品测定改变盐酸溶液加入量, 结果表明, 加入 0.25 mol/L 盐酸 3.0 mL 时测得的吸光度最大。

2.3 甲基蓝加入量影响

加入 4×10^{-5} mol/L 甲基蓝溶液 3.0 mL 时, 测得的吸光度最大。

2.4 反应温度、时间

实验表明, 反应温度在 5 °C~50 °C 范围内, 反应时间在 20 min~40 min 时, 吸光度均达最大值, 所以选用 25 min 和室温条件。

2.5 工作曲线

吸取不同量的 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 标准使用液于 25 mL 比色管中, 按 1.2.1 绘制工作曲线。由工作曲线计算出表观摩尔吸光系数为 1.0×10^4 L/mol·cm, $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 在 0.0 μg/25 mL~8 μg/25 mL 范围内符合比尔定律。

2.6 干扰共存物影响

当 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 含量为 0.120 mg/L 时, 允许相对误差 5%, 允许倍率: Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^+ 、 Na^+ 、 Br^- 和 Ti^{3+} 、 Al^{3+} 、 Ba^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Cu^{2+} 100 倍; $\text{V}(\text{V})$ 、 $\text{B}(\text{III})$ 、 Fe^{3+} 、 In^{3+} 50 倍; $\text{Zr}(\text{IV})$ 、 La^{3+} 、 Pb^{2+} 20 倍; $\text{Ce}(\text{IV})$ 、 Co^{2+} 0.5 倍; $\text{Cr}(\text{VI})$ 、 $\text{W}(\text{VI})$ 、 Pd^{2+} 、 Ag^+ 0.1 倍时, 不干扰测定。水样中常见的 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 Cl^- 不干扰测定。但水样中 H^+ 或 OH^- 对测定结果干扰大, 因此, 水样要进行预处理。

3 样品分析

取适量地表水, 用 NaOH 或 HCl 溶液调节水样至中性; 水样如有颜色和悬浮物, 可在 100 mL 水样中加入 2 mL $\text{Al}(\text{OH})_3$ 悬浮液, 搅拌, 静置, 过滤, 弃去 30 mL 初滤液, 以下按样品测定。

分析结果 ($n=5$) 的 3 组数据相对标准偏差为 1.26%~1.53%。标样测定结果为 0.157 mg/L, 相对误差为 4.7%, 实验室内相对偏差为 2.3%。

[参考文献]

[1] 刘 珍. 化验员读本(下册)[M]. 北京: 化学工业出版社, 1983. 97-98

收稿日期: 2002-01-24; 修订日期: 2002-06-02

作者简介: 谢 嵘 (1972-), 女, 安徽肖县人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。 本栏目责任编辑 张启萍