

流动注射分光光度法测定天然水中亚硝酸根

苏 苓,沈士德,张海涛
(徐州建筑职业技术学院,江苏 徐州 221008)

摘 要:采用流动注射分析技术,以 N-(1-萘基)乙二胺为显色剂在 540 nm 比色,建立了流动注射分光光度法测定亚硝酸根含量的方法。在 30 个/h 样分析速度下,检测限为 0.008 mg/L。用于天然水样测定,结果令人满意。

关键词:流动注射;分类光度法;亚硝酸根;天然水

中图分类号:O657.3

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2004)01-0033-02

To Detect NO_2^- in Natural Water with Flow Injection Spectrophotometry

SU Ling, SHEN Shi-de, ZHANG Hai-tao

(Xuzhou Building Occupational Technology Institute, Xuzhou, Jiangsu 221008, China)

Abstract: With flow injection analysis technique, to take N-(1-naphthyl) ethylene diamine and color reagent, and to make colorimetric determination at 540 nm, and to detect NO_2^- . Under the condition that the analysis speed was 30 samples/h, detection limit was 0.008 mg/L. This method was suitable for determination of natural water.

Key words: Flow injection; Spectrophotometry; NO_2^- ; Natural water

测定亚硝酸根主要有离子色谱法、高效液相色谱法和分光光度法。前两种方法所需仪器价格昂贵,后一种方法所用设备简单,被广泛应用于环境监测、食品检测等领域^[1],但分析速度慢。流动注射分析(FIA)^[2]是近 20 年迅速发展起来的溶液自动分析及处理技术,它具有分析速度快、精度高、设备和操作简单、节省试剂等优点,已得到广泛的应用。为适应环境分析需要,今采用 FIA 技术,以分光光度计为检测器($\lambda = 540 \text{ nm}$),在室温下将 N-(1-萘基)乙二胺显色剂体系用于天然水中亚硝酸根的测定,取得较满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

SP-2000 型可见分光光度计,上海光谱仪器有限公司;LZ-1000 流动注射仪,沈阳肇发自动分析研究所。亚硝酸钠标准溶液:称取 0.4926 g 亚硝酸钠,溶解,定容至 100 mL,此为 1000 mg/L 亚硝酸钠标准储备液,将此标准储备液逐级稀释,配制一系列亚硝酸盐标准溶液;载流 C:称取氯化铵 3 g 和 EDTA 0.7 g,加少量水溶解,用氢氧化钠

溶液调节 pH 值至 8.2 左右,定容至 1 L;显色剂 R:称取磺胺 0.2 g 和 N-(1-萘基)乙二胺 0.02 g,用少量水溶解,加浓盐酸 1.7 mL,定容至 200 mL;实验用水:不含亚硝酸根去离子水,在配制溶液前需进行脱气处理。

1.2 分析方法

按图 1 流路所示,将载流 C、显色剂 R 和试样 S 溶液连入流路系统,启动微机流动注射程序,微机控制蠕动泵 P 先转动 45 s,使试样充满采样阀 V 上的 500 μL 采样环,采样阀自动换位,再控制 P 转动 75 s,样品在载流流量 1.2 mL/min 载带下,与显色剂(流量 0.6 mL/min)在 200 cm 长反应管 RC 中汇合、反应、显色,检测器 D 以 540 nm 波长测定吸光值,排除废液 W。120 s 自动分析 1 次,分析速度达每小时 30 个样品。

2 结果与讨论

2.1 流量的选择

收稿日期:2003-02-26;修订日期:2003-12-25

作者简介:苏 苓(1967—),女,江苏泰兴人,讲师,从事教学及仪器分析方法的研究与应用工作。

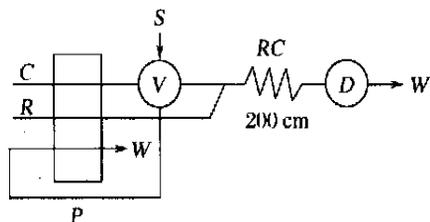


图 1 FIA 测定流路

试验表明,载流 C 流量为 1.2 mL/min,显色剂 R 流量为 0.6 mL/min,废液 W 流量为 2.3 mL/min 比较合适,以下条件的优化均以此为基础进行。

2.2 反应管 RC 长度的选择

改变反应管长度,将所得数据处理成 Excel 图表,通过观察发现管道长度从 50 cm 增至 200 cm,反应溶液的吸光值有显著提高,长度再从 200 cm 增到 400 cm,反应溶液的吸光值提高缓慢。从灵敏度和分析速度两方面统筹考虑,以选择 200 cm 长反应管为宜。

2.3 试剂浓度的优化

用单因素正交试验法优化测定条件,结果表明,在 200 mL 显色剂中,含磺胺 0.2 g、N-(1-萘基)乙二胺 0.02 g,每 1 L 载流液中含 EDTA 0.7 g 和氯化铵 3 g 为最佳。

2.4 载流的酸碱性

在以上条件下,改变载流 pH 值的大小,发现 pH 值在 8.2 时吸光值最大。

2.5 干扰测定

试验结果表明,对含有 0.2 mg/L 亚硝酸根,测定误差 < ±5% 时,1 000 倍的 K⁺、Na⁺、NO₃⁻、Zn²⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Ba²⁺, 100 倍的 Cd²⁺、SO₄²⁻、CO₃²⁻, 50 倍的 NH₄⁺、Ni²⁺、Fe³⁺, 10 倍的 Cl⁻、Pb²⁺、

Fe²⁺、Al³⁺ 不干扰测定。

2.6 工作曲线和检测限

在亚硝酸盐质量浓度 0.00 mg/L ~ 0.50 mg/L 范围内,工作曲线回归方程为: A = 0.772 C + 0.003, r = 0.999 7。

平行测定空白试液 11 次,标准偏差 为 0.002,由工作曲线斜率 k = 0.772,计算出检测限 (3σ/k) 为 0.008 mg/L。

3 天然水样的测定

水样采集后,用 0.45 μm 过滤器过滤,按实验方法进行测定和加标回收(加标量 0.2 mg/L)试验,样品分析结果及加标回收率见表 1。

表 1 天然水样中亚硝酸根分析结果及加标回收率 (n = 4)

水 样	测定均值 / (mg L ⁻¹)	相对标准差 / %	加标回收率 / %
河 水	0.206	2.2	98
湖 水	0.178	2.6	96
池塘水	0.105	3.1	102
地下水	3.45	1.7	102

稀释 20 倍后测定。

由表 1 可见,相对标准差在 3.5% 以下,加标回收率在 96% ~ 102% 之间,方法精密度和准确度均较好。

[参考文献]

[1] 中国预防医学科学院. 食品卫生国家标准汇编[M]. 北京:中国标准出版社,1997.

[2] RUZICKAJ, HANSEN E H 著,徐淑坤译. 流动注射分析[M]. 北京:北京大学出版社,1991.

简讯 ·

郑州市环境监测中心站圆满完成河南省反恐演习

2003 年 11 月 5 日,郑州市环境监测中心站参加了“河南省郑州卫士—2003 反恐综合实战演习”,并承担了生化物的侦检重任。在此次演习中,郑州市站监测小组及时采集空气样品,现场化验分析毒气种类,用最短时间确定了现场气象参数得出毒剂为“沙林”的结论,并将影响范围报告指挥部,为指挥部正确下达指令提供了科学依据。在郑州市反恐总结大会上,郑州市站在反生化演习中的出色表现,受到了郑州市市委、市政府及多位反恐专家的称赞。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2003 年第 11、12 期