

紫外导数分光光度法直接测定饮用水中的硝酸根含量

王 林

(石油大学(华东)炼制系, 山东东营 257062)

摘要 在酸性条件下, 用二阶导数及零交技术, 取 223.5nm 处的导数值可消除水中常见离子的干扰. 该法的线性范围为 0—130 $\mu\text{g}/50\text{ml}$, 检出限为 0.08 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$, 加标回收率在 95%—101% 之间, 适用于自来水、井水及泉水等饮用水中 NO_3^- 含量的测定.

关键词 紫外导数分光光度法, 硝酸根, 饮用水, 直接测定.

Direct Determination of Nitrate in Drinking Water by Ultraviolet Second-derivative Spectrophotometry

Wang Lin

(Department of Chemical Engineering, Petroleum University, Dong Ying 257062)

Abstract In the presence of sulphuric acid, interferences such as NO_2^- , HCO_3^- , CO_3^{2-} etc. can be eliminated by the Zero-cross technique. Beer's law is obeyed in the range of 0—130 $\mu\text{g}/50\text{ml}$, and the limit of detection is 0.08 $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$. The recovery is range of 95%—101%. The method was applied to the determination of nitrate content in the drinking water with satisfactory results.

Keywords Ultraviolet second-derivative spectrophotometry, nitrate content, drinking water, direct determination.

目前测定水中 NO_3^- 含量的常用方法有镉还原法、二磺酸酚法及紫外法^[1]等. 紫外分光光度法具有简单快速的优点, 但易受水中悬浮物及各种离子的干扰, 并且要加入氨基磺酸消除 NO_2^- 的影响^[2]. 用二阶导数分光光度法测定雨水中 NO_3^- 和 NO_2^- 含量的方法已有报道^[3], 但该方法未考虑到水中 HCO_3^- 、 CO_3^{2-} 等的干扰, 故不适用于饮用水中 NO_3^- 含量的测定. 本文提出在酸性条件下, 用紫外导数分光光度法直接测定饮用水中 NO_3^- 含量, 方法简单, 快速、准确, 测定成本低, 很适用于自来水、井水及泉水等的 NO_3^- 含量的测定.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: 岛津 UV-VIS 3000 型分光光度计;
试剂: 1mg/ml 的 NaNO_3 储备液及其工作溶液 (50 $\mu\text{g}/\text{ml}$), 1+1 的硫酸, NaNO_2 、 Na_2CO_3 、 NaCl 等标准溶液.

1.2 实验方法

于 50ml 容量瓶中加入一定量的水样, 加入 1ml 1+1 的硫酸, 加去离子水定容并摇匀. 调好仪器参数: $n=2$, $\Delta\lambda=6.3\text{nm}$, $\lambda_R=5\text{nm}/\text{cm}$, $\text{Scale}=\pm 1.000$, $v=50\text{nm} \cdot \text{min}^{-1}$, 用 1cm 皿, 以加硫酸的去离子水为参比, 在 250—200nm 范围内扫描出导数光谱图, 由 223.5nm 处的峰-零导数值定量.

2 结果和讨论

(1) 吸收光谱 水中的 NO_3^- 和 NO_2^- 在紫外区都有强的吸收(图 1), 前者的 $\lambda_{\text{max}}=203(\epsilon=1.7 \times 10^4)$, 后者的 $\lambda_{\text{max}}=210\text{nm}(\epsilon=1.0 \times 10^4)$. 水中的 Cl^- 、 HCO_3^- 、 CO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 等均在紫外区有吸收, 这些吸收迭加, 故用常规紫外分光光度法不能直接准确测定水中 NO_3^- 的含量.

(2) 酸度的选择

由于饮用水中往往含浓度较高的 HCO_3^- 及 CO_3^{2-} , 对导数法直接测定水中 NO_3^- 有干扰, 故本文采用加入 1ml 1 + 1 硫酸的方法。

(3) 导数参数的选择

实验表明: 选用二阶导数, 利用零交叉技术, 取 223.5nm 处的峰-零导数值可消除少量 NO_2^- 的干扰 (图 2), 并且此波长处 NO_3^- 的导数值灵敏度较高。此外, 取 $\Delta\lambda = 6.3\text{nm}$ (最大值) 可增加测定的灵敏度, 取 $\lambda_R = 5\text{nm/cm}$ 可使导数值易于读取。

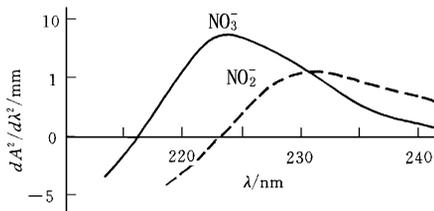


图 2 二阶导数光谱图(各为 $2\mu\text{g/ml}$)

(4) 干扰的消除

实验表明: 在拟定的条件下, 可消除饮用水中常见的阴、阳离子的干扰, 其中 NO_2^- 的允许量为 $1.4\mu\text{g/ml}$ 。

(5) 标准曲线

按实验方法测得的工作曲线见图 3, 其线性范围为 $0-2.6\mu\text{g/ml}$ 。按 IU-PAC 规定的方法测出本法的检出限为 $0.08\mu\text{g/ml}$ 。

(6) 加标回收实验及水样分析

按实验方法向不同体积的各种水样中加标做回收实验, 其结果见表 1。由表 1 知: 加标回收率在 95%—101% 之间, 这表明本法的测定可靠。

按实验方法测得不同水样中的 NO_3^- 含量见表 2。

按测定值配制含相同量 NO_3^- 的去离子水, 并以去离子水为参比测得紫外吸收光谱图,

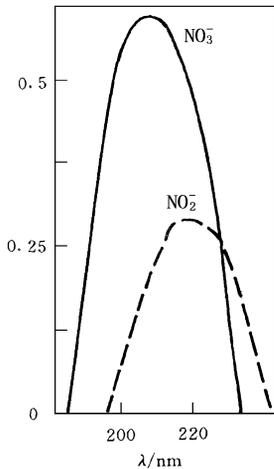


图 1 吸收光谱

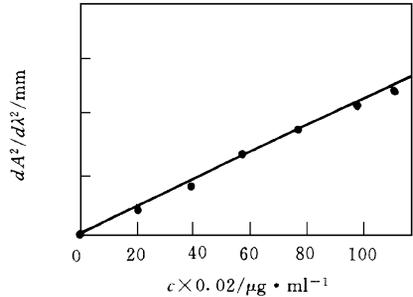


图 3 工作曲线

其形状及大小与秦池泉水及青州深井水的紫外吸收光谱图基本上吻合。这说明了这 2 种饮用水的主要污染物是 NO_3^- , 并间接地证实了本法测定值的准确性。

表 1 加标回收实验结果

水样	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
1	40	38	95
2	30	30	100
3	15	15.2	101
4	50	47.8	95.6
5	30	29.7	99
6	20	19.6	98

表 2 水样测定结果/ $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$

水样	测定平均值	R · S · D / %	紫外标加法测定参考值
东营自来水	4.1 (n=5)	2.4	
北京自来水	1.5 (n=5)	3.4	2.5
青州深井水	6.0 (n=4)	0.6	8.8
秦池泉水	12.0 (n=6)	1.7	

3 小结

用紫外二阶导数分光光度法直接测定饮用水中 NO_3^- 的含量是可行的。该法极其简单、快速, 测定成本低, 具有一定的推广使用价值。

参 考 文 献

- 1 国家环保局. 水和废水监测分析方法. 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 266—269
- 2 姚野海, 李锦才, 周冬香等. 水中硝酸盐氮和亚硝酸盐氮的测定. 化学世界, 1996, 37(11): 601
- 3 Nobuhiro Suzuki and Rokuro Kuroda. Direct Simultaneous Determination of Nitrate and Nitrite by Ultraviolet Second-derivative Spectrophotometry. Analyst, 1987, 112(7): 1077