

经验交流

反相高效液相色谱法 (RPHPLC) 测定 水体中硝酸盐及亚硝酸盐

王玉文 孙玉华

(河北省科学院地理研究所)

摘要 文章提出了一个快速 RPHPLC 同时测定水体中 NO_3^- 和 NO_2^- 的新方法. 使用 UV210 检测, 磷酸为流动相, 最低检出量 ($S/N = 2$): NO_3^- 为 0.08ng , NO_2^- 为 0.6ng . 文章对流动相的 pH 及浓度进行了优化并对某地自来水及城市排放水进行了测定. 全部分析时间仅为 3min .

关键词: 反相高效液相色谱; 水体; 硝酸盐; 亚硝酸盐.

离子交换色谱同时测定水体中 NO_3^- , NO_2^- 已有报道^[1], 但 RPHPLC 同时测定法还未见报道. 虽然 D.C. Schroeder^[2] 报道了用 RPHPLC 测定环境样品中的 NO_3^- , 但所分析物仅为单个 NO_3^- , 且耗时较长.

本文报道了用 YWG-ODS C_{18} RPHPLC 同时测定环境样品中的 NO_3^- 和 NO_2^- 的新方法. 方法简单、快速、干扰少, 适合于一般污水检测.

一、实验部分

1. 仪器与试剂

LCP-350 液相色谱仪配用 UVIDE-430B 紫外可见分光光度检测器; JASCO 台式记录仪.

磷酸、硝酸钾、亚硝酸钠、氢氧化钠均为分析纯, 所有实验用水均为蒸馏水.

2. 标样

NO_3^- 浓度为 $0.6\text{ng}/\mu\text{l}$; NO_2^- 浓度为 $4.4\text{ng}/\mu\text{l}$. 混合标样, 将等量的 NO_3^- 和 NO_2^- 标样混合, NO_3^- 浓度为 $0.3\text{ng}/\mu\text{l}$, NO_2^- 浓度为 $2.2\text{ng}/\mu\text{l}$.

3. 实验条件

色谱柱: $10\mu\text{m}$ YWG-ODS C_{18} ($150 \times 2\text{mm}$) 自装柱; 流动相: $5 \times 10^{-3}\text{mol}$ 磷酸 ($\text{pH} = 3.5$) $0.5\text{ml}/\text{min}$; 检测波长 210nm ; 满刻度吸光度 1.00 ; 记录仪衰减 500mV , 纸速 $5\text{mm}/\text{min}$.

4. 实验方法

自来水样品直接进样, 排放水经过滤后进样.

二、结果与讨论

1. 流动相 pH 对 NO_3^- , NO_2^- 保留的影响

由于 HNO_2 为弱酸 ($\text{pK}_a = 3.29$), 流动相 pH 对其分配行为有很大影响, 图 1 反映了这种关系. 在 $\text{pH} = 6.5$ 时, NO_2^- 和 NO_3^- 在 YWG- C_{18} 上有着同样的保留时间, 不能分离, 而在 $\text{pH} \leq 3.5$ 时, 两者的保留相差最大, 达到了完全分离, 考虑到酸对泵体的腐蚀, 方法选用 $\text{pH} = 3.5$.

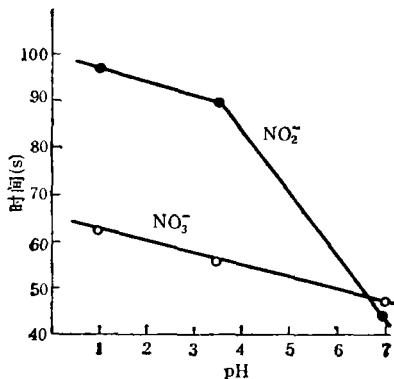


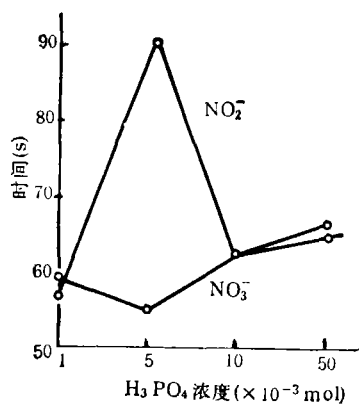
图 1 流动相 pH 对保留的影响

2. H_3PO_4 浓度对 NO_3^- , NO_2^- 保留的影响

制备不同浓度的 H_3PO_4 流动相, 用 0.1mol NaOH 溶液调节 $\text{pH} = 3.5$, 样品保留值与 H_3PO_4 浓度曲线见图 2. 在 H_3PO_4 浓度为 $5 \times 10^{-3}\text{mol}$ 时, NO_3^- 与 NO_2^- 的保留值相差最大, 达到完全分离, 而在 $1 \times 10^{-3}\text{mol}$ 和大于 $1 \times 10^{-2}\text{mol}$ 时, 均不能分离.

3. 共存物质的影响

实验结果表明, 由于有机物在 ODS- C_{18} 柱上有较强的保留, 不干扰测定. 其它水中可能存在的离

图2 H_3PO_4 浓度对保留的影响

子化合物如 NH_4^+ , S^{2-} 及洗涤剂阴离子不干扰测定。小于 500mg/L 的 Cl^- ; 200mg/L 的 SO_4^{2-} 0.04mg/L 的 Cr(VI) 不干扰测定。

4. 标准曲线。方法的灵敏度和精密度

分别取 NO_3^- 和 NO_2^- 标准溶液 1、2、5、7、10、15 μl (浓度见实验部分 2) 进样, 以离子的峰高对其含量作标准曲线, 以两倍信噪比计算检出限, 并以八次 10 μl 进样计算变异系数, 所得结果见表 1。混合标准溶液色谱分离图见图 3(a)。

表 1 NO_3^- , NO_2^- 线性范围及检出限

离子	线性范围(ng)	变异系数 (CV)	检出限(ng)
NO_3^-	0.08—100	3.47%	0.08
NO_2^-	0.6—80	3.29%	0.6

5. 实际水样的测定

应用此法对某地自来水及城市排放水进行了测定, 色谱分离图见图 3(b), (c), 结果列于表 2。

(上接第 91 页)

一些生态学家一方面选择重大生态学课题, 争取得到 NSF 支持, 开展科研, 同时选择主题、筹建工作组。还有委员们准备正在生态农业、陆地水域、大气污染、持续发展等方面酝酿主题, 落实挂靠单位, 争取得到有关方面的支持和资助, 开展工作。

6. 1990 年工作设想 在推动工作组成立的基础上, 1990 年第四季度准备举行一次学术报告会

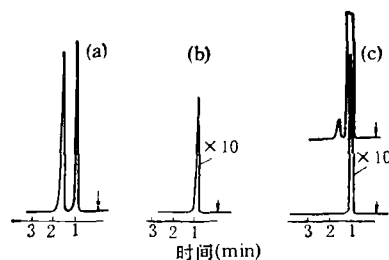


图 3 色谱分离图

表 2 样品测定结果

水样		测得含量 (mg/L)	加入量 (mg/L)	测得总量 (mg/L)	回收 (%)	化学法测 得量 (mg/L)
自来水	NO_3^-	0.78	1.00	1.80	102	0.75
	NO_2^-	ND	0.50	0.50	100	ND
排放水 1 [#]	NO_3^-	1.07	1.00	2.08	101	1.04
	NO_2^-	ND	0.50	0.70	106	0.02
排放水 2 [#]	NO_3^-	1.00	1.00	1.99	99	1.00
	NO_2^-	ND	0.50	0.51	102	ND

ND 为没检出。

由已测数据可知, 本法适用于水体 NO_3^- , NO_2^- 的快速测定(全部分析时间仅为 3min)。通过对实际样品检验, 本法对 NO_3^- 和 NO_2^- 的灵敏度均较高(分别为 0.08ng 和 0.6ng), 但由于一般水体中 NO_2^- 含量甚微, 不能检出。

参 考 文 献

- [1] L. Eek and N. Ferrer, *J. Chromatogr.*, **322**, 491(1985).
- [2] Schroeder, D. C. *Journal of Chromatographic Science*, **25**(9), 405(1987).

(收稿日期: 1989 年 10 月 19 日)

(包括各工作组在内), 由各工作组推荐报告或论文, 以推动国内交流, 也为国际交流作好论文、人选的准备。经多方面积极争取资助, 多参加 SCOPE 活动(年会或工作组), 为 1991 年在国内召开一次国际性研讨会作好准备, 为推动国内外的交流工需而努力。

(本刊讯)

ity, Beijing): *Chin. J. Environ. Sci.*, **11**(4), 1990, pp.70—74

Module design is a basic method for REMIS designing, and data base is the core of the REMIS. This article presents the method and results of the module and the data base design. The scheme of the module analysis and the data base construction would guarantee the stability, the adaptability and better operational efficiency for the REMIS.

Key Words: design, module, data base, environmental management, information system.

Non-Waste Technology—A New Pattern of Industry Development. Xi Deli (Department of Environmental Engineering, Tsinghua University, Beijing): *Chin. J. Environ. Sci.*, **11**(4), 1990, pp. 75—80

The environmental problems mankind faces today is coming from the shock of industrial production. For the purpose of exploring the interaction between industrial production and the environment, three patterns of industrial development after the Industrial Revolution has been discussed in this paper on the basis of the function of industry itself. It has been pointed out that the non-waste technology is the newest pattern which could be considered as the basic approach to rationally utilize natural resources and to protect the environment. The formation of the concept "non-waste technology" and its development are introduced and some examples presented here illustrate its main realizable ways.

Key Words: non-waste technology, industrial development.

Distribution of Uranium Contents in Tap Water and Natural Water in Shanghai. Wu

pinhai, Li Jinqun, Wang Li (Shanghai Municipal Institute of Radiative Medicine): *Chin. J. Environ. Sci.*, **11**(4), 1990, pp.84—86

Introduced in this paper is the distribution of uranium contents in drinking water of Shanghai residents and in natural water sampled from the Yangtze River, the Huanpujiang River, rain and snow. The authors have engaged in monitoring continually for three years, and compared uranium contents from different sources and with those of other provinces and cities. The results show that uranium contents in Shanghai drinking water are lower in the natural water. They are all at background level.

Key Words: distribution, uranium content, tap water, Shanghai.

Determination of Nitrate and Nitrite in Water by Reversed Phase High Performance Liquid Chromatography. Wang Yuwen, Sun Yuhua (Institute of Geography, Hebei Academy of Sciences, Shijiazhuang): *Chin. J. Environ. Sci.*, **11**(4), 1990, pp.87—88

A new and rapid method is described for the determination of NO_3^- and NO_2^- in water by RPHPLC in this paper. With the detection in UV 210nm and phosphate acid as the eluant, the minimum detection limit ($S/N=2$) is 0.08ng for NO_3^- and 0.6ng for NO_2^- . How to optimize pH and concentration of the eluant on separation has been discussed as well. Moreover, samples of tap water and wastewater in a city were determined within 3 min for each by using RPHPLC.

Key Words: determination, nitrate, nitrite, water RPHPLC.