

水中亚硝酸盐氮测定条件优化

杨 兵 彭传友^① 彭 斌 夏 兰^a

(重庆化工职业学院应用化学系 重庆市江北区嘉陵四村 100 号 400020)

^a(重庆市水产技术推广站 重庆市渝北区龙溪街道金龙路 64 号-3 400030)

摘 要 采用紫外分光光度法对嘉陵江水中亚硝酸盐氮的含量进行定量分析。优化测定条件,得最佳测定条件为:氢氧化锌处理水样,1g/L 碱性品红 2.00mL,反应时间 20min。测得水样中亚硝酸盐氮平均含量为 2.875mg/L。该方法试剂无毒,操作简便快捷,干扰小,适合水质中亚硝酸盐氮的定量分析。

关键词 亚硝酸盐氮;碱性品红;紫外分光光度法

中图分类号:O657.32

文献标识码:B

文章编号:1004-8138(2011)06-2952-05

1 引言

亚硝酸盐氮是氮循环过程中的中间产物,也是有机污染的标志之一^[1-4]。亚硝酸盐氮不稳定,易分解成亚硝酸盐、氨氮等^[5-7]。现代人对生活质量的要求越来越高,加之环境污染越来越严重,水质质量的检测就显得尤为重要,故本文选择测定嘉陵江水中亚硝酸盐氮含量。利用碱性品红重氮化法,于 266nm 处测其吸光度,利用校准曲线法得其含量^[8-10]。并对样品前处理方法以及测定条件进行适当优化。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

TU-1901 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司);JM51020 型电子天平(余姚铭称重校验设备有限公司);实验室常用玻璃仪器。

碱性品红 1g/L,硫酸锌 100g/L,氢氧化钠 100g/L,硫酸 1+1,氯仿,亚硝酸盐氮贮备液 250mg/L(保质期一个月),亚硝酸盐氮中间液 50.00mg/L(保质期一周),亚硝酸盐氮标准工作溶液 1.00mg/L(用时新配),以上试剂均采用分析纯。

亚硝酸盐氮贮备溶液(250mg/L):称取 1.232g 亚硝酸钠,溶于 150mL 水中,定量转移至 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。本溶液贮存在棕色试剂瓶中,加入 1mL 氯仿,保存在 2—5℃,稳定一个月。亚硝酸盐氮中间液(50mg/L)和标准工作液(1mg/L)的浓度值,应采用贮备溶液标定后的准确浓度的计算值。

实验用水均为离子交换三级水。

2.2 实验方法

碱性品红属三芳甲烷碱性染料,其含有的伯胺基在强酸介质中与亚硝酸根发生重氮化反应,采

① 联系人,手机:(0)13220298596;E-mail:pengchuanyou@163.com

作者简介:彭传友(1980—),男,四川省岳池县人,讲师,硕士,主要从事分析化学方面研究及教学工作。

收稿日期:2011-01-18;接受日期:2011-03-02

用紫外可见分光光度计,于最大吸收波长 266nm 处对生成物的吸光度进行测定,通过计算最终量。

2.2.1 水样的采集与前处理

实验室样品应用玻璃瓶采集,并在采集后尽快分析,不要超过 24h。若需短期保存(1—2 天),可以在每升实验室样品中加入 1mL 氯化汞,并保存于 2—5℃(可保存一个月)。

若水样不浑浊,则直接吸取样品进行测定;若水样浑浊且含悬浮物较多,则在 100mL 水样中,加入氢氧化铝或氢氧化锌悬浮液沉降,过滤,弃去 20mL 初滤液,滤液备用。

2.2.2 试样的测定

2.2.2.1 校准曲线的绘制

分别移取 0—5.00mL 亚硝酸盐氮标准工作溶液于 50mL 比色管中,依次加入 1g/L 碱性品红 2.00mL,1+ 1 的硫酸 1.00mL,用水定容,摇匀,放置 20min 后于 266nm 下测定其吸光度。

2.2.2.2 水样的测定

试样最大体积为 50.0mL,可测定亚硝酸盐氮浓度高至 0.20mg/L。浓度更高时,可相应用较少量的样品或将样品进行稀释后,再取样。

准确移取 25.00mL 水样于 50mL 比色管中,依次加入 1g/L 碱性品红 2.00mL,1+ 1 的硫酸 1.00mL,用水定容,摇匀,放置 20min 后于 266nm 下测定其吸光度,同时做空白实验。

2.2.2.3 含量计算

根据校准曲线得到水样中亚硝酸盐氮的含量。

3 结果及讨论

3.1 实验条件优化

3.1.1 水样的预处理方法改进

对于水中亚硝酸盐氮的测定,当遇到有颜色或有悬浮物的水样,必须加入悬浮液沉降、过滤来处理水样。但是氢氧化铝悬浮液配制繁琐,操作步骤较为复杂。而氢氧化锌与氢氧化铝的化学性质及物理性质极为相似,改用氢氧化锌来代替,利用硫酸锌与氢氧化钠反应来制得氢氧化锌悬浮液。即在水样中滴加硫酸锌溶液 0.50mL,再加入氢氧化钠溶液 0.50mL,摇匀,静置 20min 后,取上清液测定。对两种方法进行对照实验,结果见表 1。

表 1 氢氧化铝与氢氧化锌处理水样的测定结果对比

项目	取样体积 (mL)	不同类别水样吸光度					
		A	B	C	D	E	F
Al(OH) ₃ 法(μg/mL)	25.00	3.37	5.01	4.30	3.46	4.34	4.78
Zn(OH) ₂ 法(μg/mL)	25.00	3.36	5.02	4.28	3.46	4.33	4.80

从表 1 中可以看出,使用氢氧化锌与氢氧化铝两种结果并无显著性的差异,用此方法预处理水样进行测定,相对误差< 1.00%,说明改进后的方法是可行的。

3.1.2 碱性品红的用量

现行国标中使用 4-氨基苯磺酰胺与亚硝酸盐氮发生重氮反应,以 N-(1-萘基)-乙二胺为显色剂,用紫外分光光度计测定水中亚硝酸盐氮的含量^[10,11]。此方法所用的试剂含有剧毒,对人体危害较大,所以本实验采用碱性品红与亚硝酸盐氮反应^[8,9]。

碱性品红作为重氮化试剂,其用量对实验结果起决定性影响。通过改变碱性品红用量来探讨该

水样的碱性品红最佳用量, 测定结果见表 2。

表 2 碱性品红的用量对测定结果的影响

项目	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	8#	9#	10#
碱性品红用量 (mL)	0. 10	0. 20	0. 50	0. 70	1. 00	1. 50	2. 00	3. 00	4. 00	5.00
测得吸光度 A	0. 102	0. 135	0. 155	0. 174	0. 202	0. 278	0. 363	0. 365	0. 364	0. 365
空白吸光度 A_0	0. 071	0. 071	0. 072	0. 072	0. 071	0. 072	0. 071	0. 071	0. 071	0. 072
样品吸光度 A'	0. 031	0. 064	0. 084	0. 102	0. 131	0. 206	0. 292	0. 294	0. 293	0. 293

可以看出, 在碱性品红用量少于 1. 50mL 时, 吸光度呈直线上升趋势; 当碱性品红用量等于 2. 00mL 时, 吸光度出现转折; 大于 2. 00mL 后吸光度趋于稳定。依据数据统计学, 选择 2. 00mL 作为其最佳用量, 且实验结果稳定。

3. 1. 3 反应时间的确定

该反应需要一定时间才能反应完全或反应达平衡, 但时间过长亚硝酸盐易分解, 故反应时间范围为 0—50min。不同反应时间的测定结果见表 3。

表 3 不同反应时间的测定结果

项目	显色时间 (min)							
	0	5	10	15	20	30	40	50
吸光度值 A	0. 374	0. 351	0. 242	0. 244	0. 246	0. 247	0. 247	0. 247

测定结果表明, 前 15min 内测定结果不稳定, 随着时间的增加, 当达到 20min, 吸光度趋于稳定。为了节约时间以及结果的准确性, 故选择 20min 为最佳反应时间。

3. 2 测定结果

3. 2. 1 校准曲线

分别移取 0、1. 00、2. 00、3. 00、4. 00、5. 00mL 亚硝酸盐氮标准工作液(1. 00mg/L) 于 50mL 比色管中, 依次加入 1g/L 的碱性品红 2. 00mL, 1+ 1 的硫酸溶液 1. 00mL, 用水定容, 摇匀, 放置反应 20min 后于 266nm 下测定其吸光度。结果见表 4。

表 4 校准曲线绘制的有关数据记录

项目	序号					
	1#	2#	3#	4#	5#	6#
标液体积 V (mL)	0. 00	1. 00	2. 00	3. 00	4. 00	5. 00
氮含量 ρ (μg)	0. 00	144. 5	289. 0	433. 5	587. 0	722. 5
测得吸光度 A	0. 072	0. 114	0. 155	0. 198	0. 238	0. 282
空白实验吸光度 A_0	0. 072					
校准后吸光度 A_r	0. 000	0. 042	0. 083	0. 126	0. 166	0. 210

注: 该标准工作液的浓度值, 是贮备溶液标定后的准确浓度的计算值。

利用 Q 检验法对数据进行可疑值分析, 经检验数据均可信。亚硝酸盐氮浓度在 0—14. 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与吸光度呈良好的线性关系, 建立浓度与吸光度的一元线性回归模型得回归方程: $A = 0. 0003C - 0. 0001$, 相关系数 $r = 0. 9999$ 。

3. 2. 2 测定结果

根据上述实验讨论得到的最佳测定条件对嘉陵江水样中亚硝酸盐氮进行测定。由于水样中亚硝酸盐氮的含量较少, 在测定样品前准确加入 1. 00mL 亚硝酸盐氮标准工作溶液于 50mL 比色管中, 再吸入 25. 00mL 水样、1g/L 的碱性品红 2mL、1+ 1 的硫酸 1. 00mL, 用水定容, 摇匀。测定结果见表 5。

表 5 水样测定数据

项目	1#	2#	3#
测得样液吸光度 A	0. 133	0. 132	0. 133
空白实验吸光度 A_0	0. 072	0. 072	0. 071
所加标液吸光度 A_j	0. 041	0. 039	0. 040
校准后吸光度 $A_{\text{校准}}$	0. 020	0. 021	0. 021
测定样液中氮含量(μg)	69. 57	73. 02	73. 02
嘉陵江水样中亚硝酸盐氮含量(mg/L)	2. 783	2. 921	2. 921
嘉陵江水样中亚硝酸盐氮平均含量(mg/L)		2. 875	

测定样品得到的吸光度, 根据校准曲线的回归方程计算出该水样中亚硝酸盐氮浓度, 对数据进行处理后, 得到该水样中亚硝酸盐氮平均含量为 2. 875mg/L。

3. 2. 3 样品加标回收率

取 25. 00mL 水样两份, 其中一份加入 1. 50mL 亚硝酸盐氮标准工作溶液, 另外一份不加。将两份水样按照最优实验条件进行同样测定, 多次平行测定, 并计算样品加标回收率。通过 5 次实验得加标回收率范围在 97. 30%—102. 10%, 测定数据见表 6。

表 6 回收率测定数据

项目	样品原含量		加标量 (μg)	测定总量		回收率 (%)
	吸光度 A	含量(μg)		吸光度 A	含量(μg)	
1#	0. 021	73. 02	217. 5	0. 154	284. 68	97. 31
2#	0. 020	69. 57		0. 153	281. 21	97. 30
3#	0. 022	76. 47		0. 156	291. 62	98. 92
4#	0. 021	73. 02		0. 155	288. 15	98. 91
5#	0. 021	73. 02		0. 157	295. 09	102. 10

4 结论

利用氢氧化锌代替氢氧化铝来处理浑浊的水样, 两者所测结果相对误差 $< 1. 00\%$, 说明改进后的方法是可行的。最优实验条件为: 1g/L 的碱性品红加入量为 2. 00mL 最佳, 而反应时间 20min 最佳。此时测定结果稳定, 操作方便, 校准曲线平直, 误差较小。

本法的条件优化不但减少了试剂对人体的危害, 还适当的节省了实验时间。优化后方法校准曲线线性关系良好, 测定结果让人满意, 适合用于水质中亚硝酸盐氮定量测定。

参考文献

[1] 张晓林. 环境中硝酸盐、亚硝酸盐测定方法研究进展[J]. 干旱环境监测, 1995, 9(1): 17—19.

[2] 张金华. 紫外分光光度法测定水中硝酸盐氮的改进[J]. 环境污染与防治, 1991, 13(1): 43—45.

[3] 国家环保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]. 第 3 版. 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 260—263.

[4] 中国环境监测总站. 环境水质监测质量保证手册[M]. 第 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1994. 264—266.

[5] 吴小春, 吴友谊. 环境水样及食品中亚硝酸根的分析进展[J]. 分析测试技术与仪器, 2003, 9(4): 227—233.

[6] 彭卫芳, 凌志明, 王学涛等. 亚硝酸盐测定方法的研究进展[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(8): 1535—1536.

[7] 曾志果, 康 林铁. 亚硝酸盐氮对硫化物测定的干扰及消除方法研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(2): 461—462.

[8] 李党生, 李桂敏, 朱惠斌. 碱性品红紫外光度法测定水中亚硝酸盐氮[J]. 环境工程, 2002, 20(2): 61—63.

[9] 李党生, 李桂敏. 酸性介质中品红与亚硝酸根的显色反应研究[J]. 理化检验(化学分册), 2004, 40(9): 517—518, 520.

[10] 刘金吉, 朱孔颖. $N-(1\text{-萘基})\text{-}\beta\text{-}$ 二胺光度法测定水中亚硝酸盐氮预处理方法的改进[J]. 干旱环境监测, 2004, 18(2): 113—114.

[11] 中华人民共和国国家标准汇编. 水质亚硝酸盐氮的测定分光光度法[S]. GB/T 7493-87. 北京: 中国标准出版社, 1987.

Optimization of Determination Conditions of Nitrite Nitrogen in Water

YANG Bing PENG Chuan-You PENG Bin XIA Lan^a

(Department of Applied Chemistry, Chongqing Chemical Industry Vocational College, Chongqing 400020, P. R. China)

^a(Aquaculture Technology Extension Station in Chongqing, Longxi Street, Chongqing 400030, P. R. China)

Abstract The content of nitrite nitrogen in Jialing river was quantitatively determined by UV spectrophotometry. By optimization of determination conditions, the optimal testing conditions were as follows: dealing with Jialing river water with $\text{Zn}(\text{OH})_2$, 1g/L alkaline fuchsin of 2.00mL, reaction time of 20min. The average content of nitrite nitrogen in Jialing river was 2.875mg/L. The method is simple and fast with little interference and safe reagent, and fit for quantitative measurement of nitrogen in water.

Key words Nitrite Nitrogen; Alkaline Fuchsin; Spectrophotometry

封四：“高效、保质、宽容——《光谱实验室》主要特色”的附件 1

主编不编与主编不主

闲下翻阅地方杂志,有标明主编也有不标的。这倒各随其规而悉听其便。但也有令人疑惑的事,比如记忆中某人在某部门任行政要职,突然间成为一个地方杂志的主编(并非顾问或名誉主编)。是同名还是改了行?无意中渐渐知道,有一些确系既未改行也未重名的,是在“遥控”机制中兼了职。

兼职这事不好妄论,但主编要编,却可以论定。因为,抛开真正的编辑者或者为了某人之名而拉大旗,或者为了某部门捐赠拨款之利而钓大鱼,暂且不去论它。那些遥兼主编的同志真的能够切切实实地履行主编的职责吗?如果并不能切切实实地履行,还是以不挂虚名为好,免得闹出盗名欺世的笑话。

说白一些,“空头主编”并没有看到主编也是一种重要的专职业务岗位,来不得任何一点“名存实亡,失其所业”。这正像企业家不敢贸然兼之,科学家和学者不敢贸然兼之一样,编辑尤其是总其成的主编,同样不好贸然兼之,因为,这是有责、权、利的问题,有术业专长的的问题,也还有“法人”而不是声名徒自远扬的问题。

由此还想到“期刊衙门”与“编辑官”。由于体制方面的原因,编辑部门机关化的倾向颇严重,而编辑头们把自己首先当成“官员”而后才是编辑的意识,也很根深蒂固。人们觉得“处级和尚”可笑,局级企业也不妥,殊不知局级处级报刊杂志大约也不那么顺理成章啊!

大概是那个所谓的“官本位”或曰“行政级本位”作祟,刊物升级之风曾经有些洋洋乎盈耳。也是这样一个原因,不仅出现生拉硬扯“空头主编”的事,也还出现了“生编不主”的现象:当主编而不主编务,干吗非要挂这个衔呢?

主编,“是名也,止于是实也”。随着行政机关同企事业单位的逐渐分开,编辑终究会成为编辑。此前,主编不编与主编不主,首先应当纳入革除之列。一些人一定还要去当“空头主编”而不干实事,不妨赠以孟子的一句话:“先生之志则大矣,先生之号则不可”。

其实,主编挂名,这种杂志原本也不该核准的。从法律角度上思量,不是这样么?

(原载 1988 年 1 月 6 日《新闻出版报》,作者:冯并)