

连续流动分析仪测定环境水样中的硝酸盐氮

张志军,梁高亮,罗丽红,吴建勋
(南海市环境监测站,广东 南海 528200)

摘要:应用连续流动分析仪对环境水样中的 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 进行了分析,简述了试剂浓度的确定原则和编写运行程序的方法。通过对标准样品的多次测定,测定值均在其保证值范围内,相对标准差为 0.7%,准确度高,精密度好。方法检测限可达 0.003 mg/L $\text{NO}_3^- - \text{N}$,环境水样加标回收率在 94%~102%之间,样品分析速率可达 50 个/h。

关键词:连续流动分析;硝酸盐氮;水质

中图分类号:O652.9

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2003)01-0036-02

To Detect Nitrite in Environmental Water with Continuous Flowing Analyzer

ZHANG Zhi-jun, LIANG Gao-liang, LUO Li-hong, WU Jian-xun
(Nanhai Environmental Monitoring Station, Nanhai, Guangdong 528200, China)

Abstract: To detect nitrite in environmental water with continuous flowing analyzer. The determination principle of reagent concentration and working procedure was introduced. Test result in many times indicated that the detection value was all in the control limit. The relative standard deviation was 0.7% with high accuracy. The detection limit was 0.003 mg/L $\text{NO}_3^- - \text{N}$, recovery rate of added standard was 94%~102%. Test rate can reach 50 per hour.

Key words: Continuous flowing analyzer; $\text{NO}_3^- - \text{N}$; Water quality

$\text{NO}_3^- - \text{N}$ 是我国水源水和地表水测定项目的常用指标。为快速、准确地测定水中 $\text{NO}_3^- - \text{N}$,需应用相应的分析方法,连续流动分析满足了这一要求。

1 试验

1.1 方法原理

在碱性的硫酸肼条件下,将环境水样中的 NO_3^- 用 Cu 作催化剂还原成 NO_2^- ,然后与磺胺生成重氮盐,再与 N-(1-萘基)-乙二胺偶联生成粉红色的化合物,在 550 nm 处测定吸光值。

1.2 仪器分析原理

目前大致有两种流动分析仪,一种是流动注射分析(FIA)^[1],该分析方法是在化学反应不一定反应完全的情况下进行测定;另一种是连续流动分析系统(Continuous-Flow Systems),它是在完全的化学反应基础上,将烦琐的手工操作简化成仪器自动化操作。为了降低液体的扩散度,同时使反应更加完全并减少样品的相互污染,往往在连续流动的液体中加入比较规则和均匀的气泡,现所使用的仪器就

是这种间隔性质的气泡连续流动分析仪(CFA)。流路如下:

自动进样器 蠕动泵 分析模块 检测器
数据处理系统

1.3 硝酸盐氮测定流程

硝酸盐氮的测定流程见图 1。

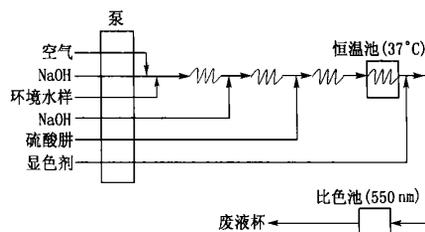


图 1 硝酸盐氮的测定流程

1.4 主要仪器与试剂

收稿日期:2002-02-06;修订日期:2003-01-15

作者简介:张志军(1972—),男,河北邯郸人,工程师,硕士,从事环境监测工作。

AA3 型连续流动分析仪,德国 BRAN + LUEBBE; MT7 分析模板和 550 nm 滤光片。显色剂:磺胺 10 g, N-(1-萘基)-乙二胺 0.5 g,磷酸 100 mL,水稀释到 1 000 mL;硫酸肼溶液:硫酸肼 2 g,硫酸铜 0.01 g,硫酸锌 0.1 g,稀释到 1 000 mL(测 NO_2^- 时用水代替);NaOH 溶液:NaOH 10 g,磷酸 3 mL,加入 30% Brij-35 溶液 1 mL,稀释到 1 000 mL。

1.5 测定参数和测定步骤

1.5.1 测定参数

速率 50 个/h,清洗比率 5:1,滤光片 550 nm。

1.5.2 测定步骤

首先按要求开机,连接好管路,放好试剂,激活分析,然后调出基线,再对标准曲线的最高浓度点进行测定,用其反应生成的信息来调节仪器的增益,(对反应信息给一个合理的放大信号值),运行编好的程序(包括基线校正、带过校正、标准曲线校正、漂移校正和样品测定等),最后打印分析结果。

2 结果与讨论

2.1 试剂的浓度

仪器所用的试剂量由试剂浓度和所用泵管的直径决定,应确定所用试剂的泵管,对上述所配溶液的浓度进行试验,改变显色剂和硫酸肼溶液用量,表明对测定结果影响不大,只是试剂空白会有所变化。由于对不同批次的试剂要进行重新调试和曲线校正,所以,配置这些试剂的浓度不需要过于准确。NaOH 溶液是用来确定反应的最终 pH 值。

2.2 分析程序的编写

为保证分析结果的准确性,在编写运行程序时,应首先写入用于基线漂移(试剂空白信号)、固定信号漂移(任一个固定含量样品的信号)和分析校正的样品,其次是标准曲线系列,再次是带过样品系列(最高浓度对最低浓度的影响,一般是标准曲线中的 1 个最高浓度点,紧接着两个空白样品,以计算高浓度样品对低浓度样品的影响程度),接

着才是标准考核样品和待测的环境水样,在程序的最后还应注入相应的基线和漂移校正样品。只有全部程序运行完毕,样品中的 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 和 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 的总和结果(原始信号经基线、漂移和带过等各种校正后的结果)才会计算出来。该项完成之后,再将流程中的硫酸肼溶液换成实验用水,其他参数不变,测定样品中的 $\text{NO}_2^- - \text{N}$,两者结果之差就是样品中的 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 量。

2.3 标准曲线

试验表明, $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 在 0.0 mg/L ~ 5.0 mg/L、 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 在 0.00 mg/L ~ 0.40 mg/L 范围内,标准曲线有良好的线性关系。

2.4 检测限

应用 1 个约为检测限 3~5 倍的水样进行 10~30 次重复测定,以计算检测限。今用 0.020 mg/L $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 和 0.005 mg/L $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 的水样进行 10 次重复测定,计算其标准偏差,方法检测限以 2.821 倍空白测定的标准偏差计。经测定计算, $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 的检测限为 0.003 mg/L, $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 的检测限为 0.001 mg/L。

2.5 样品测定

对国家环境保护总局标准样品研究所的标样(保证值:1.00 mg/L \pm 0.04 mg/L)进行 6 次平行测定,测定均值为 1.020 mg/L,在其保证值范围内,准确度较好;6 次测定的相对标准差为 0.7%,精密度亦较好。

对 3 个环境水样进行测定($n=6$), $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 分别为 0.981 mg/L、1.263 mg/L 和 2.696 mg/L,相对标准差分别为 2.3%、1.6% 和 1.5%,并作了加标试验,回收率在 93%~102% 之间。

[参考文献]

- [1] 徐金华. 有色金属工业分析丛书 1——现代分析化学基础 [M]. 北京:冶金工业出版社,1993. 240-265.

本栏目责任编辑 李延嗣

简讯

南京市环境监测中心站档案管理通过国家二级评审

南京市环境监测中心站自 1999 年档案管理达省级标准后,将目标定位在国家标准上,加强了领导,并按国家标准强化了制度建设、硬件建设及业务建设,于 2002 年 12 月 27 日通过了国家二级标准的评审认定。

评审认定组由两名国家级、两名省级、一名市级评审员组成,依据国家档案局《科学技术事业单位档案管理升级办法》,通过听取汇报、现场查看、抽查案卷、召开座谈会、综合评议等程序,进行了全面考核。评审组认为,南京市环境监测中心站的档案工作,领导重视、硬件到位、制度落实、管理规范、利用充分,促进了环境监测事业的发展。

陈宝琳