

紫外可见分光光度计测试水中亚硝酸盐氮含量

UV-022

摘要：水中亚硝酸盐污染对环境及生物会造成危害，被列为集中式生活引用水地表水源地特定监测项目之一。本文参考 GB 7493-87《水质 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法》对水中亚硝酸盐氮进行测试，线性良好， r^2 为 0.99985，RSD% 为 0.063，回收率在 91.1~98.5% 之间，测得水样中亚硝酸盐氮含量为 0.0154 mg/l。

关键词：紫外可见分光光度计 亚硝酸盐氮 环境水

地下水亚硝酸盐污染是一个复杂的有机、生物 - 化学的反应过程，它与有机氮化物、土壤质、细菌微生物、氧气、水分、地下水位深度、流速、补给与排泄有关；居民生活污水与垃圾粪便的下渗污染、化肥污染、工业污染源、大气氮氧化物沉降污染以及污水灌溉等都会造成地下水亚硝酸盐含量偏高。

亚硝酸盐氮对环境以及生物会造成危害，含高浓度亚硝酸盐的地下水被人饮用后，可使人体血液中的二价

铁氧化为三价铁，结果血红蛋白就转变成为高铁或变性血红蛋白，从而丧失了携带氧的能力，使人和动物因缺氧而患高铁血红蛋白症，导致智力低下，严重的可导致死亡。水中亚硝酸盐还会使人体发生致癌的危险，亚硝酸盐在食物中、水中与二级胺、酰胺或类似氮氧化合物发生反应，形成直接致癌的亚硝基化合物。因此需要对环境水中亚硝酸盐含量进行检测。

本文参考 GB 7498-87《水质 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法》对水中亚硝酸盐氮进行测试。

实验部分

1.1 原理

方法的原理：在磷酸介质中，PH 值为 1.8 时，试样中的亚硝酸根离子与 4-氨基苯磺酰胺（4-aminobenzenesulfonamide）反应生成重氮盐，它再与 N-（1-萘基）-乙二胺二盐酸盐 [N-(1-naphthyl)-1,2-diaminoethane dihydrochloride] 偶联生成红色染料，在 540 nm 波长处测定吸光度值。

1.2 仪器及器皿

岛津 UV-2450，10 mm 石英比色皿
烧杯若干

容量瓶：50 mL，250 mL，500mL，1000 mL 若干

1.3 试剂

亚硝酸钠（分析纯）

4-氨基苯磺酰胺（ $\text{NH}_2\text{C}_6\text{SO}_2\text{NH}_2$ ）（分析纯）

N-（1-萘基）-乙二胺二盐酸盐（ $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHC}_2\text{H}_4\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$ ）（分析纯）

磷酸：15 mol/L， $\rho=1.70\text{g/ml}$ （分析纯）

纯水

1.4 试剂配制

1.4.1 显色剂：500 mL 烧杯内倒入 250 mL 水和 50 mL 磷酸，加入 20.0 g 4-氨基苯磺酰胺（ $\text{NH}_2\text{C}_6\text{SO}_2\text{NH}_2$ ）。再将 1.00 g N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐（ $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHC}_2\text{H}_4\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ）溶于上述溶液中，转移至 500 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。保存在 2~5°C 冰箱内，至少可稳定一个月。

1.4.2 亚硝酸盐氮标准贮备液（250 mg/L）：称量 1.232 g 亚硝酸钠，溶于 150 mL 水中，转移至 1000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。加入 1 mL 氯仿，保存在 2~5°C 冰箱内，至少可稳定一个月。

1.4.3 亚硝酸盐氮中间标准液（50 mg/L）：吸取 50 mL 亚硝酸盐氮标准贮备液（1.4.2）置于 250 mL 棕色容量瓶内，用水稀释至标线，摇匀。保存在 2~5°C 冰箱内，可稳定一星期。

1.4.4 亚硝酸盐氮标准工作液（1 mg/L）：吸取 10 mL 亚硝酸盐氮中间标准液（1.4.3）置于 500 mL 棕色容量瓶内，用水稀释至标线，摇匀。使用时，当天配制。

1.5 标准样品测定

1.5.1 取 6 个 50 mL 的容量瓶，分别加入亚硝酸盐氮标准工作液（1.4.4）0, 1.0, 3.0, 5.0, 7.0 和 10.0 mL，用水稀释至标线，加入显色剂（1.4.1）1 mL，摇匀，静置，此时 pH 值应为 1.8 ± 0.3 。

加入显色剂 20 分钟后、2 小时以内，在 540 nm 的最大吸光度波长处，用光程 10 mm 的比色皿，以实验用纯水做参比，测量溶液吸光度。

用纯水做全程空白实验，溶液吸光度值减去空白吸光度值，即净吸光度值。

1.6 水样测定

1.6.1 用 PH 计测试水样，其 $\text{PH} < 11$ ，可以直接进行测定。量取 50 mL 水样于容量瓶中，用水稀释至标线，加入显色剂（1.4.1）1 mL，摇匀，静置，此时 pH 值应为 1.8 ± 0.3 。

加入显色剂 20 分钟后、2 小时以内，在 540 nm 的最大吸光度波长处，用光程 10 mm 的比色皿，以试验用纯水做参比，测量溶液吸光度。

用纯水做全程空白实验，溶液吸光度值减去空白吸光度值，即净吸光度值。

结果与讨论

2.1 标准样品测定结果

表 1 亚硝酸盐氮标准系列

序号	亚硝酸盐氮标准溶液加入量 (mL)	纯水加入量 (mL)	亚硝酸盐氮浓度 (mg/L)	净吸光度值 (Abs)
1	0	50	0.00	0.000
2	1	49	0.02	0.059
3	3	47	0.06	0.193
4	5	45	0.10	0.320
5	7	43	0.14	0.457
6	10	40	0.20	0.647

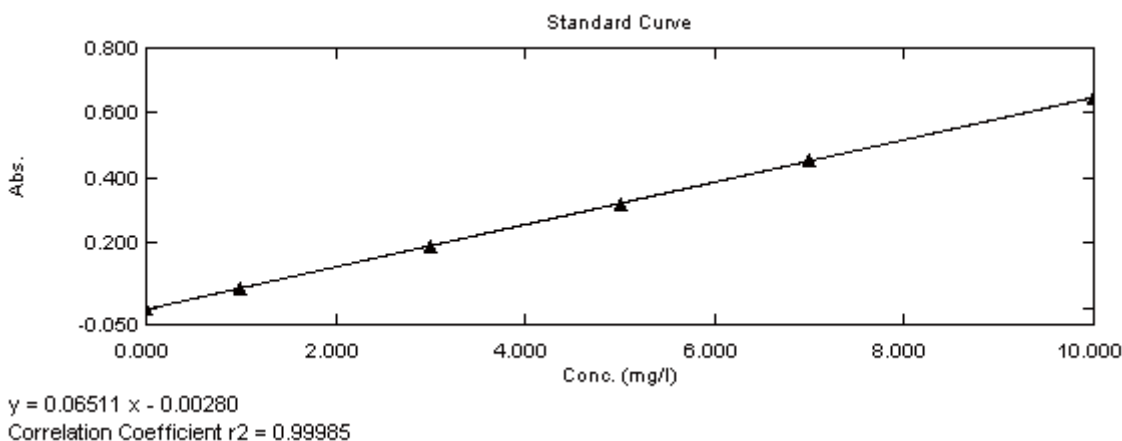


图 1 标准曲线

2.2 样品测定结果

测定水样的 PH<11, 根据国标可以直接进行测定, 测得水样中亚硝酸盐氮含量为 0.0154 mg/L。

2.3 回收率测定

在水样中分别加入 0.02 mg/L 和 0.18 mg/L 的标准溶液进行测定, 进行加标回收率计算, 测定结果分别为 0.0197 mg/L 和 0.164 mg/L, 计算得到加标回收率在 91.1~98.5% 之间。

2.4 精密度测定

取 4# 标样重复测试 11 次, 计算得到其 RSD% 为 0.063。

结论

本文参考 GB 7493-87《水质 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法》对水中亚硝酸盐氮进行测试, 线性良好, r^2 为 0.99985, RSD% 为 0.063, 回收率在 91.1~98.5% 之间, 测定水样中亚硝酸盐氮含量为 0.0154 mg/L。