

经验介绍

酚二磺酸测定硝酸盐的改进

在环境检测和饮用水的卫生分析中,硝酸盐的分析,是一个十分重要的项目。检测硝酸盐的方法中最广泛应用的是酚二磺酸法,但严重干扰测定的氯离子,必须用硫酸银沉淀氯的方法来除去,这样大大影响了分析的速度和精度。

本文在资料〔1〕的基础上,用硫酸汞直接掩蔽氯离子,不需分离而测定硝酸盐的分析方法。氯离子浓度在300ppm以下时,加入适量的硫酸汞溶液;其它金属离子用EDTA掩蔽之,在碱性溶液中用酚二磺酸显色后测定。本法测定范围为0—2.5ppm硝酸盐,灵敏度为0.03ppm;对十一个水样测定,其平均相对标准偏差为7.2%,平均回收率为96%。

试剂

硫酸汞试剂:称取5克硫酸汞于烧杯中,加180毫升水,搅匀,边搅边加90毫升浓硫酸。放置24

小时后,即析出硫酸汞沉淀。(用前配制)。

酚二磺酸试剂:溶解25克纯白色试剂,于150毫升浓硫酸中,加入75毫升发烟硫酸,充分摇匀,在80~90℃水浴上保温两小时,使充分作用。

EDTA溶液:称取50克EDTA于烧杯中,再加入10克氢氧化钠和150毫升蒸馏水,搅拌溶解。

分析方法:

吸取10毫升水样于50ml烧杯中,加0.2N氢氧化钠溶液3—4滴,使水样呈碱性,置低温电热板上蒸干,冷却后,加1.0ml硫酸汞,溶解干渣,加1.50ml酚二磺酸试剂,搅拌均匀,使充分反应,30分钟后加入约20毫升水、3.0mlEDTA。用1:1氢氧化铵溶液中和、碱化、显色、并转移至100ml比色管中至刻度,摇匀后,用1厘米比色池,在410nm波长下,作分光光度测定。

标准曲线配制:分别吸取1毫升含10微克硝酸盐的标准溶液0.00、0.5……30毫升,滴加0.2N-NaOH3—4滴,使呈碱性。置低温电热板上蒸干,按分析方法操作显色和作图。

分析结果的比较

样 品 号	酚二磺酸法	本 法	离子色谱法
	ppm (NO_3^-)	ppm (NO_3^-)	ppm (NO_3^-)
1	5.0	5.8	5.5
2	5.2	6.0	6.4
3	7.6	14.6	17.4
4	3.8	4.9	3.2

北京地质矿产局水文公司

张千杰

www.yskw.ac.cn