

# 离子色谱法测定海水中的 $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$

方敏<sup>1</sup> 郭龔茹<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> 上海市城市水监测站 上海 200062)

(<sup>2</sup> 浙江大学西溪校区化学系 杭州 310028)

E-mail: nanamomiguo@hotmail.com

**摘要** 采用 Dionex ICS2000 离子色谱仪测定海水中的氯离子和亚硝酸根离子, 该方法精密度好, 操作简便、结果准确。

**关键词** 离子色谱; 海水; 亚硝酸根

中图分类号 0657.7+5

## Determination of Chloride and Nitrite in Seawater by Ion Chromatography

Fang Min<sup>1</sup>, Guo Yanru<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> Shanghai Citywater Monitoring Station, Shanghai 200062, China)

(<sup>2</sup> Chemistry Department of Zhejiang University, Hangzhou 310028, China)

**Abstract** In this paper, the new method of chloride and nitrite in seawater determined by ion chromatography was described. The result showed that the method was simple, reliable and suitable for determining chloride and nitrite in seawater.

**Key words** Ion chromatography; seawater; nitrite

## 1 引言

亚硝酸盐是一种对人体有害的物质, 能形成具有强力致癌作用的亚硝酸胺, 严重影响人们的健康, 故对人类赖以生存的环境以及食物中痕量亚硝酸盐的测定, 成为特别引人关注的课题。测定  $\text{Cl}^-$  和  $\text{NO}_2^-$  常用的方法有分光光度法、催化光度法、荧光光度法、极谱法及离子色谱法, 本文主要讨论使用离子色谱法测定海水中的含量, 进行水质分析。

## 2 实验部分

### 2.1 实验仪器

美国戴安公司 ICS2000 离子色谱仪, 带 EG50 淋洗液发生器和 CR-ATC 连续自动再生捕获柱; 色谱柱: IonPac AG18 保护柱和 AS18 (2mm) 离子色谱柱; 抑制器: ULTRA-ASRS II 2mm 阴离子自再生抑制器。

### 2.2 实验条件

淋洗液: 采用淋洗液发生器产生的  $\text{KOH}$  溶液 (5mmol/L); 流速: 0.25mL/min; 自动再生抑制电流为 50mA; 进样量 25  $\mu\text{L}$ 。阴离子化合物标准储备液 (1.000mg/mL)。试剂均采用分析纯配制, 用二次高纯水分别配制。

### 2.3 样品处理

将海水(取自珠江海口)样品稀释 50 倍后, 用 0.23

$\mu\text{m}$  过滤膜过滤后直接进样。

## 3 结果与讨论

### 3.1 分析条件的优化

由于海水属于高氯离子含量的样品, 其中氯离子含量较高, 用离子色谱法测定常规阴离子特别是与氯离子保留时间十分接近的  $\text{NO}_2^-$  时, 氯离子的色谱峰会掩盖  $\text{NO}_2^-$  的色谱峰。  $\text{NO}_2^-$  的含量就测不准, 甚至无法测定, 所以需要进行去除样品中氯化物的工作。选择高容量的 AG18+AS18 (2mm) 的色谱柱, 经流动相条件选择, 选择  $\text{KOH}$  (5mmol/L) 为流动相。在该分析条件下, 各物质分辨情况良好, 可以使  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$  得到很好地分离。

$\text{KOH}$  溶液作为淋洗液的选择, 分别作了 1mmol/L, 5 mmol/L, 10 mmol/L, 15 mmol/L 四种不同浓度下的测试, 发现在  $\text{KOH}$  浓度为 5 mmol/L 时, 淋洗条件最好, 可以实现一次将  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$  分离测定的目的, 而如果选择更低浓度的  $\text{KOH}$  淋洗液, 则分离分析时间过长。

### 3.2 检测下限、线性范围、线性关系

在 25  $\mu\text{L}$  进样量的条件下对含  $\text{Cl}^-$  和  $\text{NO}_2^-$  的海水样进行分析, 以峰面积 (Y) 为纵坐标, 离子质量浓度 (X) 为横坐标求得线性回归方程, 以 3 倍信噪比 ( $S/N=3$ ) 计算最低检出限, 结果见表 1。

收稿日期: 2004-10-21

作者简介: 方敏 (1970-), 工程师, 现从事城市排水和河流水的分析工作。

现代科学仪器 2004 6

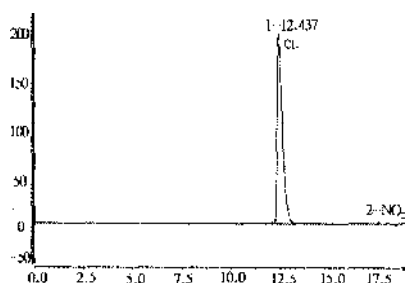
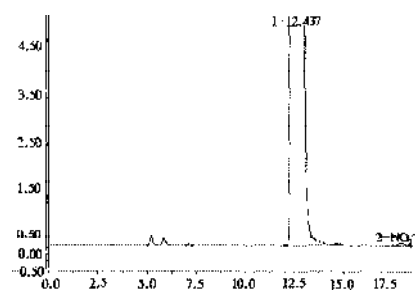
53

表1  $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 工作曲线的回归分析

离子	线性范围(mg/L)	回归方程	相关系数(r)	检出限(mg/L)
$\text{Cl}^-$	0.03~200	$Y=95143X+34165$	0.9998	0.01
$\text{NO}_2^-$	0.05~250	$Y=40329X+12361$	0.9992	0.02

### 3.3 样品测定

对海水样品稀释50倍后,以5mmol/L KOH溶液为淋洗液直接进样,测得样品色谱图见图1。样品中的保留时间、测定含量结果见表2。

图中1- $\text{Cl}^-$ (mg/L),2- $\text{NO}_2^-$ (mg/L)图1  $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 色谱图图2  $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 色谱图放大图表2  $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 的保留时间和测定结果

被测物	保留时间(min)	样品测定结果
$\text{Cl}^-$	12.43	2863ppm
$\text{NO}_2^-$	17.90	1.685ppm

### 3.4 方法的精密度和回收率

在试验条件下,对同一溶液连续测定11次,测得 $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 的相对标准偏差(RSD)全部小于1.0%,说明本方法精密度良好。在试验样品中分别加入一定量的 $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ 测得其回收率较高,说明本方法的准确度高。RSD和平均回收率结果见表3。

表3 相对标准偏差和样品加标平均回收率

被测离子	RSD(%)	平均回收率(%)
$\text{Cl}^-$	0.78	96.0
$\text{NO}_2^-$	0.94	103.4

## 4 结 论

采用离子色谱法,选用离子色谱仪,AG18+AS18(2mm)型色谱柱,以KOH(5mmol/L)为淋洗液可以快速、准确、灵敏地分离分析海水中的 $\text{Cl}^-$ 和 $\text{NO}_2^-$ ,通过对各组分的精密度、准确性、测试范围以及与阴离子同时分析用于海水离子总量的测定研究,证明本方法具有简易快速、结果准确的优点。

## 参考文献

- [1] 丁海芳,梅祖明,潘金华.谈谈饮用天然矿泉水中的亚硝酸根离子,净水技术,1999,67:15~18
- [2] 陈新萍.亚硝酸离子的测定与消除,大庆高等专科学校学报,1994,14(4):51~56
- [3] 罗道成,易平贵,刘小平.高灵敏显色光度法测定江水中痕量亚硝酸根,化学试剂,2003,25(3):153~154