

离子色谱法检测自来水中的亚硝酸盐

Determination of Nitrite nitrogen in tap water by ion chromatography

亚硝酸盐主要形成于自然环境中动植物腐化和废水排放引发的氨氮氧化过程中，是含氮有机物氧化变成硝酸盐过程中的中间产物。亚硝酸盐不稳定，因此在环境水中的含量极低。但最近有调查显示，即使是在较低浓度条件下，硝酸盐也会对人体带来血压降低、脉搏增快以及头痛等症状。

目前中国国内针对水质中亚硝酸盐的测定，有以下标准方法：1) GB/T 7493-1987 《水质 亚硝酸盐的测定 分光光度法》；2) HJ/T 197-2005 《水质 亚硝酸盐的测定 气相分子吸收光谱法》。

日本厚生劳动省采纳了来自食品安全委员会的食品健康影响评价的建议，对“水质标准省令（2003年厚生劳动省令第101号）”进行了部分修订，并追加了“亚硝酸盐标准（即 0.04 mg/L）”（2014年4月施行）作为水质标准项目。此外，对“厚生劳动大臣基于水质标准省令规定的制定方法（2003年厚生劳动省令第261号）”进行了部分修订，介绍了一种当样品中含有残余氯离子时，添加乙二胺后同时进行阴离子分析的方法。该方法中亚硝酸盐的定量范围为 0.004~0.4 mg/L。

本报告参照修订后的检测方法，介绍了对自来水中的亚硝酸盐进行分析的应用实例。

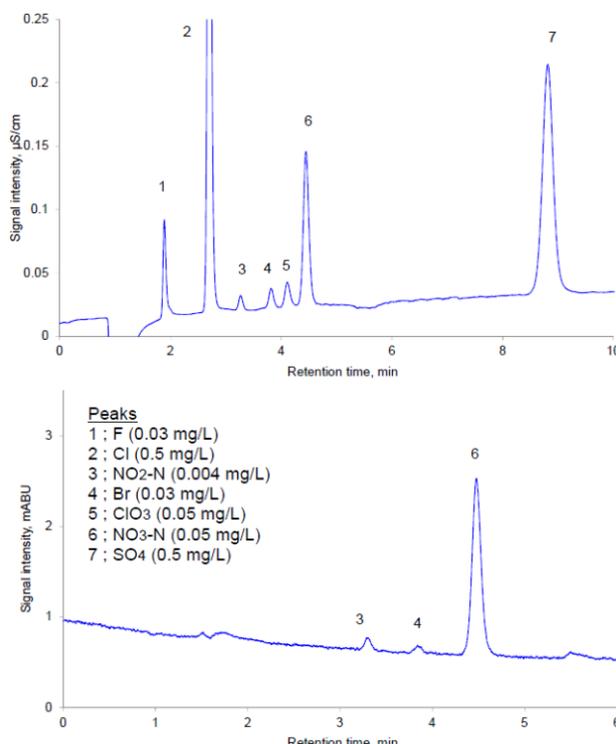


图1 标准样品的色谱图
(上段：电导检测、下段：紫外检测)

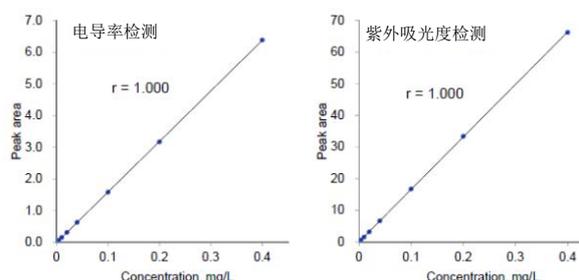


图2 亚硝酸盐氮的校正曲线

表1 分析条件

色谱柱:	TSKgel SuperIC-Anion HS (4.6 mm I.D.x10 cm)
保护柱:	TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS (4.6 mm I.D.x1 cm)
淋洗液:	7.5 mmol/L NaHCO ₃ + 0.8 mmol/L Na ₂ CO ₃
流速:	1.5 mL/min
检测器:	电导检测 (抑制模式) 紫外检测 (210 nm)
温度:	40 °C
进样量:	30 µL

表2 亚硝酸盐 (0.004 mg/L) 的重现性

检测器	RSD(%), n=10	
	保留时间	峰面积
电导检测	0.1	6.2
紫外检测	0.3	6.8

1. 亚硝酸盐的分离和定量

实验中使用了TSKgel SuperIC-Anion HS分析柱。自来水中包括亚硝酸盐在内的各种离子的色谱图，如图 1 所示。从图中可以看出，各离子之间能得到较好的分离，且没有受到出峰时间在 6 分钟左右的碳酸根离子负峰的影响。

在厚生劳动省令的标准中规定的定量范围，即 0.004~0.4 mg/L 浓度范围内选择 7 个不同浓度来制作校正曲线，如图 2 所示。在所有检出条件下均确认具有良好的线性。对浓度为 0.004 mg/L 的亚硝酸盐进行了重现性的考察，结果显示保留时间的 RSD(%) 在 0.3% 以下，峰面积在 7.0 % 以下。

2. 测量自来水中的亚硝酸盐氮

标准中指出，当自来水等样品中含有残余氯离子时，为抑制由于残余氯离子的存在，使得亚硝酸盐氧化为硝酸盐，须在采集和储存样品时添加乙二胺（每 1L 样品添加浓度为 50 mg/mL 的乙二胺溶液 1mL）。

图 3 分别为自来水、添加了亚硝酸离子的自来水、亚硝酸离子标准样品的色谱图。所有的样品溶液均添加了规定浓度的乙二胺。此外，向自来水中分别添加浓度为 0.004 mg/L、0.04 mg/L 的亚硝酸离子，其回收率的确认结果如表 3 所示。结果显示回收率未受到自来水中其他杂质离子组分的影响，在两个浓度下均有得到 97~101 % 的良好回收率。

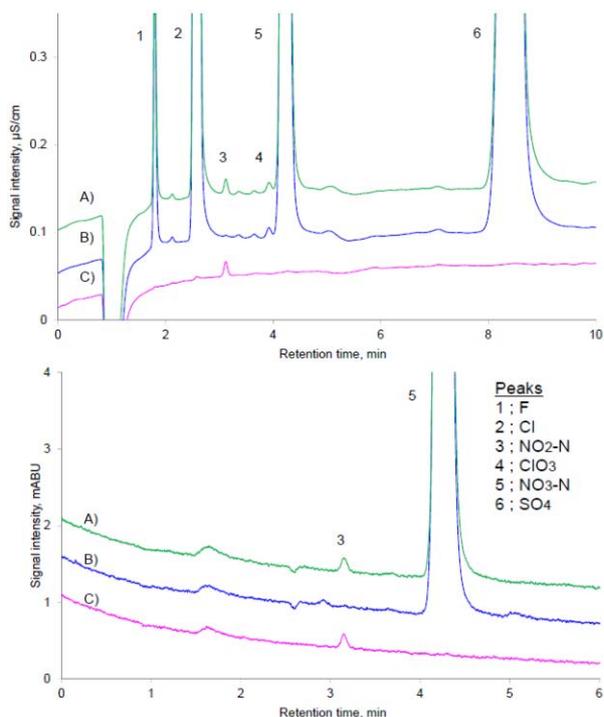


图 3. 添加了亚硝酸离子的自来水的色谱图

(上段；电导检测、下段；紫外检测)

- A) 添加了亚硝酸离子的自来水(NO₂-N 浓度为 0.004 mg/L)
- B) 自来水
- C) 亚硝酸离子的标准样品 (NO₂-N 浓度为 0.004 mg/L)

表 3 亚硝酸盐氮的回收率

检测器	回收率 (%)	
	添加 0.004 mg/L	添加 0.04 mg/L
电导检测	97	98
紫外检测	101	101



产品编号	产品名称	规格
0022400	IC-2010 离子色谱仪	
0022403	IC-2010 用的紫外检测器 (UV-8320IC)	
0022766	TSKgel SuperIC-Anion HS	4.6 mmI.D. × 10 cm
0022767	TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS	4.6 mmI.D. × 1 cm
0022771	TSKgel suppress IC-A	60 mL × 5根