

## 离子色谱法检测自来水中的亚硝酸盐 (2)

### Determination of Nitrite nitrogen in tap water by ion chromatography (2)

在上一篇应用报告中 (IC information No.001) 介绍了自来水中的亚硝酸盐的分析实例。当样品中含有的其他杂质离子, 特别是在亚硝酸盐之前被洗脱出来的氯离子时, 由于氯离子在样品中含量较高, 经常会影响亚硝酸的检测。

本文研究了检测微量亚硝酸盐时, 样品中含有的过量氯离子所带来的影响, 并对结果进行了介绍。另外, 在实验中分别使用了高通量和常规分析柱 2 种不同类型的色谱柱。

#### 1. 使用高通量分析柱的应用实例

采用了与上一篇报告 (IC information No.001) 相同的分析柱。向 0.004 mg/L 亚硝酸盐 (水质标准值的 1/10 浓度) 中分别添加浓度为 0~200 mg/L 的氯离子后进行测定, 并确认了亚硝酸盐的峰面积回收率和重现性 (表 1、表 2、图 1)。

采用电导检测器时, 氯离子浓度超过 20 mg/L, 会影响到亚硝酸盐峰的基线, 在超过 50mg/L 时能观察到峰面积缩小。而采用紫外检测器时, 即使氯离子浓度高达 200 mg/L 也能获得充分的回收率。

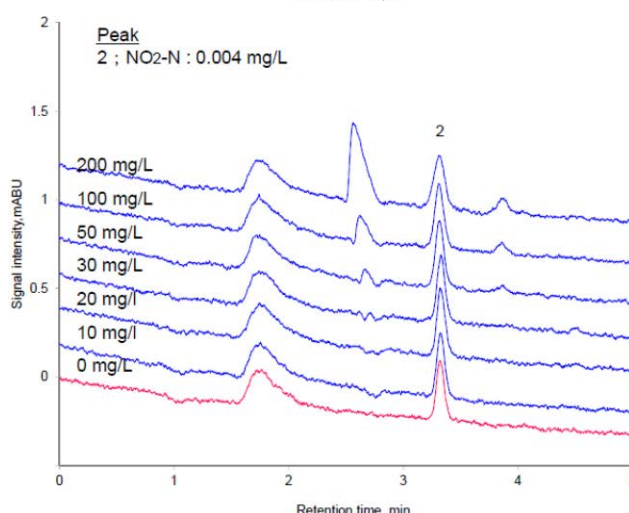
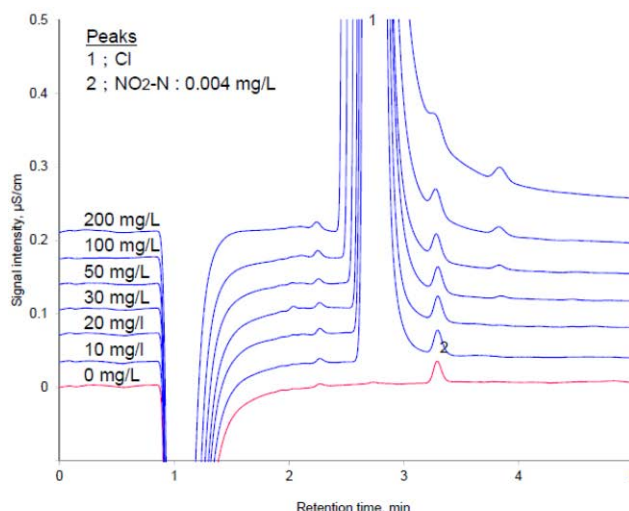


图 1 氯离子浓度的影响  
(上图; 电导检测、下图; 紫外检测)

表 2 亚硝酸盐氮(0.004 mg/L)的回收率和重现性(n=10)

Cl 浓度 (mg/L)	电导检测		紫外检测	
	回收率	重现性	回收率	重现性
0	-	2.1	-	0.8
10	102	2.8	102	1.5
20	101	2.9	100	3.4
30	101	2.0	102	3.2
50	97	2.7	101	3.3
100	86	8.0	102	5.8
200	46	3.4	104	4.5

表 1 分析条件

色谱柱:	TSKgel SuperIC-Anion HS (4.6 mmI.D.x10 cm)
保护柱:	TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS (4.6 mmI.D.x1 cm)
淋洗液:	7.5 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> + 0.8 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
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:	100 µL

## 2. 使用常规分析柱的应用实例

使用常规分析柱进行了同样的研究（表 3、表 4、图 2）。

与使用高通量色谱柱的情况相同，采用电导检测器，当氯离子浓度超过 20 mg/L 时，会影响亚硝酸盐峰的基线，在超过 50 mg/L 时，可以明显观察到峰面积在缩小。而采用紫外检测器时，浓度为 100 mg/L 能得到较好的回收率。但是当浓度增加到 200mg/L 时，峰面积反而增大，我们认为产生该现象的原因是由于氯离子中含有的杂质引起。

表 3 分析条件

色谱柱:	TSKgel SuperIC-AZ (4.6 mmI.D.x15 cm)
保护柱:	TSKgel guardcolumn SuperIC-AZ (4.6 mmI.D.x1 cm)
淋洗液:	1.9 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> + 3.2 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
流速:	0.8 mL/min
检测器:	电导检测 (使用抑制器) 紫外检测 (210 nm)
温度:	40°C
进样量:	100 μL

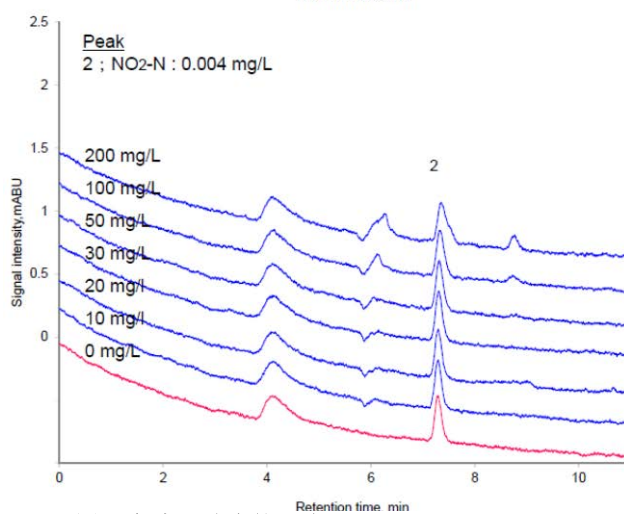
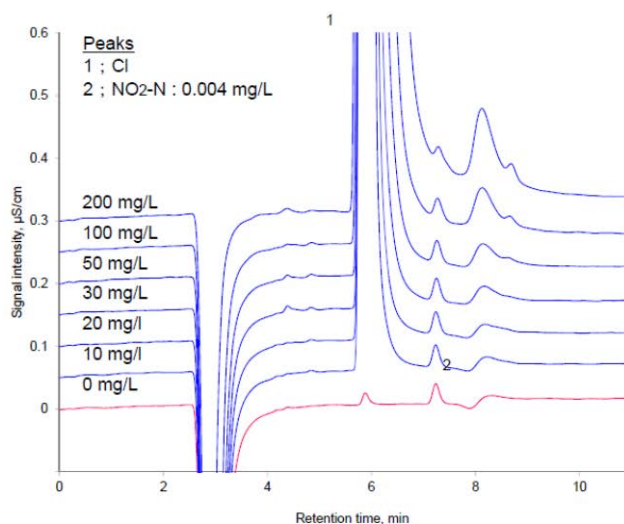


图 2 氯离子浓度的影响  
(上图：电导检测、下图：紫外检测)

表 4 亚硝酸盐氮(0.004 mg/L)的回收率和重现性 (n=10)

Cl 浓度 (mg/L)	电导检测		紫外检测	
	回收率	再现性	回收率	回收率
0	-	4.4	-	4.3
10	104	3.8	100	3.9
20	103	2.3	100	3.0
30	103	3.7	102	2.0
50	104	5.2	101	5.2
100	94	4.5	100	5.4
200	61	4.4	113	-

根据以上结果，可以判定采用电导检测器，20 mg/L 以下的氯离子不会对微量亚硝酸的定量造成影响。对氯离子含量超过 20 mg/L 的样品，建议采用紫外检测器更为合适。