

土壤中硝酸根和亚硝酸根的离子色谱法测定

梁 汉 文

周 志 红

(国家地质实验测试中心 北京 100037)

(辽宁地勘局第七实验室)

摘 要 本文用离子色谱法直接测定土壤浸出液中的 NO_3^- 和 NO_2^- , 为避免土壤中氯离子对测定 NO_2^- 的干扰, 采用载银树脂直接加入试液中除氯。在选定条件下含氯量 $50 \mu\text{g}/\text{ml}$ 的标准试液经除氯处理, 氯残留量 $< 2 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。用 $2 \mu\text{g}/\text{ml} \text{NO}_3^-$ 和 $0.5 \mu\text{g}/\text{ml} \text{NO}_2^-$ 进行标准回收试验, 回收率分别为 $100\% - 105\%$, $88\% - 98\%$ 。

关键词 土壤; 亚硝酸根; 离子色谱

硝酸根和亚硝酸根是土壤农化分析常规测定项目, 土壤中这两者的含量是反映土壤性质的重要指标。测定土壤中的硝酸根和亚硝酸根一般都选用容量法(其原理是先将硝酸根和亚硝酸根还原成 NO_2^- 并蒸馏, 最后滴定吸收液求得两者含量)。也有文献报道^[1]用离子色谱法测定土壤浸出液中的硝酸根和亚硝酸根, 其优点是可直接连续地进行测定, 但由于土壤中亚硝酸根含量低, 其色谱峰又紧靠氯峰(两者保留时间相差约 30 秒), 当试液中氯量大于 $5 \mu\text{g}/\text{ml}$ 时就有可能对测定 NO_2^- 产生影响(见图 1)。大部份土壤氯的含量远远大于 NO_2^- 含量, 使离子色谱法在实际应用中受到限制。

本文根据载银树脂柱可用于除氯的原理^[2]将载银树脂加入试液中除氯, 然后用离子色谱法测定亚硝酸根等阴离子。试验表明, 含氯量高达 $50 \mu\text{g}/\text{ml}$ 的试液经处理后仍可有效地测定其中的亚硝酸根, 大大提高了离子色谱法测定亚硝酸的抗干扰能力, 扩大了其应用范围。

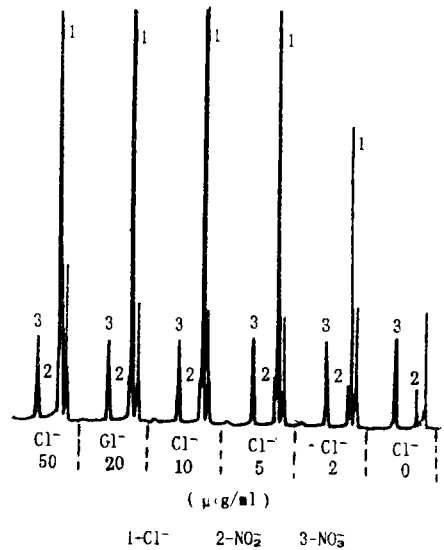


图 1 Cl^- 对 NO_2^- 的干扰

1 试验条件及方法

(1) 仪器及主要工作条件

仪器: FIC-2S 型离子色谱仪(北京市理化分析测试中心)及电导检测器; 分离柱: YSA6 5004-A2; 抑制器: 全氟碳酸中空纤维管; XWT-S 型台式记录仪。

色谱条件: 淋洗液流速 $1.7 \text{ml}/\text{min}$; 再生液流速 $4.5 \text{ml}/\text{min}$; 记录仪量程 100mV (扩展)

(2) 主要试剂及标准溶液配制

标准溶液:优级纯氯化钠、亚硝酸钠、硝酸钾经烘干(亚硝酸钠在干燥器中干燥 24 小时以上)冷却后称量,配制成含 Cl⁻, NO₂⁻, NO₃⁻ 离子 1mg/ml 溶液,并逐级稀释成所需浓度的工作溶液。

淋洗液:3.5mmol/L Na₂CO₃, 4.0mmol/L NaHCO₃(过滤并脱气后使用)。

再生液:25mmol/L H₂SO₄

载银树脂:732 型阳离子交换树脂(80 至 100 目)先用水浸泡,再用 1+1 HNO₃ 浸泡,然后用去离子水洗至中性,加入 10% AgNO₃ 溶液(1g 风干树脂约需 5 ml 10% AgNO₃),适当搅拌,用去离子水倾泻法洗涤后过滤,继续用去离子水洗 20 次以上,使流出液在离子色谱仪上检查空白值合格(NO₃⁻ < 0.5μg/ml),风干备用。

(3) 试验方法

在 10ml 比色管中分别加入 Cl⁻ 25μg, NO₂⁻ 5μg, NO₃⁻ 20μg 用水稀释至 10ml,加入 0.1g 载银树脂,在振荡器上振荡 15 分钟,取下(必要时进行离心),按给定的色谱条件进行测定。作氯的干扰试验时不经载银树脂处理。

2 结果与讨论

(1) 除氯条件的选择

以往采用银树脂柱分离氯操作繁冗^[2],为简化手续,本文试验了将载银树脂直接加入试液(含 Cl⁻ 50μg/ml)中除氯,试验表明,加入载银树脂后试液经放置 24 小时或采用振荡的方式均可除去氯的干扰,为省时,选择了振荡的方式,并作了确定振荡时间及树脂用量的预试验。

振荡时间:按试验方法试液加入载银树脂后在振荡器上分别振荡 10、20、30、40、60 分钟后进行色谱测定,结果表明振荡 10 分钟的试液氯残留量为 3.4μg/ml,我们选择了 15 分钟。

载银树脂用量:按试验方法加入不同树脂量(20mg - 1g)进行试验,结果表明加入树脂量 > 0.1g 时试液中氯残留量 < 1.79μg/ml,选定加入量为 0.1g。

(2) 标准回收

以 10 份含 Cl⁻ 50、NO₃⁻ 2、NO₂⁻ 0.5μg/ml 的标准溶液按试验方法进行测定,回收率分别为 NO₃⁻ 100 - 105%; NO₂⁻ 88% - 98%。

3 土壤试样分析

各称取 5.00g 试样置于 125ml 具塞三角瓶中,加水 25ml,在振荡器上振荡 1 小时,取下,经抽滤后取 10.0ml 滤液于 10.0ml 比色管中,加入 0.1g 载银树脂按试验方法测定 NO₃⁻, NO₂⁻ (NO₃⁻ 含量高时可直接吸取滤液稀释后测定),结果见表 1。本法结果与光度法结果基本相符。

表 1 土壤试样分析结果* (μg/g)

试样编号	NO ₃		NO ₂	
	光度法	本 法	光度法	本 法
1	35.5	37.4	0.38	0.41
2	58.4	56.3	0.25	0.27
3	449	466	0.29	0.27
4	121	126	0.86	0.82
5	156	158	0.17	0.09
6	46.4	44.5	0.52	0.44

* 土样采自沈阳近郊地表以下 30cm 处。

参 考 文 献

1 K F Nieto, W T Frankenberger Jr, Soil Sci. Soc. Am. J., 1985, 49(3): 587
 2 梁汉文, 陈德勋. 银-树脂柱分离氯-离子色谱法测定卤水中氯、硝酸根和硫酸根. 岩矿测试, 1989, 8(1): 1