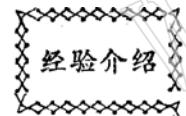


**酚二磺酸测定硝
酸盐的改进**

经验介绍



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，溶解于渣，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 ppm (NO_3^-)	本 法 ppm (NO_3^-)	离子色谱法 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