

离子色谱法测定固定污染源排气中的 氯化物和硝酸盐

余波,沈锴

(杭州市环境监测中心站,浙江 杭州 310007)

摘要:介绍了用离子色谱法测定固定污染源排气中的 Cl^- 和 NO_3^- , 测试结果表明, 相对标准偏差分别为 Cl^- 2.1%, NO_3^- 2.4%; 平均回收率为 Cl^- 105%, NO_3^- 102%, 是一种简便快速、准确可行的方法。

关键词:离子色谱法; 固定污染源; 氯化物; 硝酸盐

中图分类号: O658 **文献标识号:** A **文章编号:** 1671-8798(2003)S0-0113-02

对于固定污染源排气中氯化物的测定方法有硝酸银容量法、硫氰酸汞分光光度法和离子色谱法^[1,2], 其中前两种方法均受硫化物、氰化物及其它卤化物的干扰, 离子色谱法具有测定范围广、准确、选择性好、能同时测定多种阴离子的优点; 而测定固定污染源排气中的硝酸盐并没有国家标准方法, 相关报道也不多见。本文利用离子色谱法测定固定污染源排气中的氯离子和硝酸盐, 结果表明重现性、回收率较好。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器 Dionex-DX600 型离子色谱仪, 配有 ED50 电化学检测器、EG40 淋洗液发生器和 PeakNet 色谱工作站; EasypureRF 微量超纯水制造器(美国 Barnstead 公司)。

实验用水: 电阻率 $> 18.0 \text{ M}\Omega \text{ cm}$, 经 $0.2 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤。氯离子和硝酸根标准储备液分别用优级纯试剂氯化钠和硝酸钠配制成 1.0 g/L 的水溶液。氢氧化钠吸收液用进口封装的优级纯试剂氢氧化钠配制成 0.05 mol/L 的水溶液。

1.2 色谱条件

Dionex IonPac AG17 型阴离子保护柱(4 mm), AS17 型阴离子分离柱(4 mm); ASRS-ULTRA 型自动再生抑制器(4 mm); 抑制模式: 自身循环; 抑制电流: 50 mA ; 淋洗液: 5.0 mmol/L KOH ; 淋洗液流速: 1.2 mL/min ; 进样量: $25 \mu\text{L}$; 电导检测; 以峰面积定量。

采用梯度淋洗方法, 其工作条件分为 3 步: 1) $0 \text{ min} \sim 2.0 \text{ min}$, 淋洗液浓度保持在 5.0 mmol/L , 以平衡色谱柱; 2) $2.1 \text{ min} \sim 11.6 \text{ min}$, 淋洗液浓度逐渐增加, 最终为 21.3 mmol/L ; 3) $11.7 \text{ min} \sim 13.0 \text{ min}$, 淋洗液浓度保持在 21.3 mmol/L , 直至淋洗出所有离子, 分析过程结束。

1.3 样品采集与处理

串联两支各装 5.0 mL 氢氧化钠吸收液的多孔玻板吸收管, 以 0.5 L/min 流量, 采样 $15 \sim 30 \text{ min}$ 。采样后, 将两个吸收管中的样品溶液移入 50 mL 具塞比色管中, 用水稀释至标线, 摇匀, 经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤后直

收稿日期: 2003-10-05

作者简介: 余波(1972—), 男, 工程师, 浙江人, 主要从事环境监测工作。

接进样测定。

2 结果与讨论

2.1 线性范围和检出限

在选定的色谱条件下,将配制的一系列标准使用溶液进行分析测试,结果表明以峰面积(Y)对氯离子的质量浓度(X ,mg/L)线性回归方程为 $Y = 0.167X - 0.001$, 相关系数 ≥ 0.999 ;以峰面积(Y)对硝酸根的质量浓度(X ,mg/L)线性回归方程为 $Y = 0.094X - 0.017$, 相关系数 ≥ 0.999 ;本方法的检出限(按信噪比的 3 倍计算)为氯离子小于 0.02 mg/L,硝酸根小于 0.08 mg/L。

2.2 精密度与回收率

将经处理的样品进样分析,重复实验,结果表明相对标准偏差 RSD($n = 5$)为 Cl^- 2.1%, NO_3^- 2.4%;并对两个样品进行了全过程加标回收率实验,样品测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果和加标回收率

项 目	样 品	样品含量/ μg	加标量/ μg	加标样含量/ μg	回收率/%	平均回收率/%
Cl^-	1* 样	6.26	5.00	11.57	106	105
	2* 样	5.08	5.00	10.26	104	
NO_3^-	1* 样	13.6	10.00	23.79	102	102
	2* 样	10.1	10.00	20.33	102	

3 结 论

用离子色谱法测定固定污染源排气中的 Cl^- 和 NO_3^- , 测试结果表明,相对标准偏差分别为 Cl^- 2.1%, NO_3^- 2.4%;平均回收率为 Cl^- 105%, NO_3^- 102%, 准确度和精密度均较好,是一种简便快速、准确可行的方法,有一定的实际应用价值。

参考文献:

[1] 国家环保局《空气和废气监测分析方法》编委会.空气和废气监测分析方法[M].北京:中国环境科学出版社,1990,393 - 400

[2] HJ/T 27 - 1999 固定污染源排气中氯化氢的测定—硫氰酸汞分光光度法[S]

Determination of Chloride and Nitrate in Stationary Source Emission
by Ion Chromatography

YU Bo, SHENG Kai

(Hangzhou Environmental Monitoring Central Station, Hangzhou 310007, China)

Abstract: In the paper the method used for the determination of chloride and nitrate in Stationary Source Emission by Ion Chromatography was presented. The results obtained by this method showed the relative standard deviations for Cl^- and NO_3^- were 2.1% and 2.4% respectively and the average recoveries were 105% and 102% respectively. This method possesses better recovery and precision.

Key words: ion chromatography; stationary source emission; chloride; nitrate