

过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮准确度的提高方法

The Method of Improving the Accuracy of Determination of Total Nitrogen by Using the Potassium Persulfate UV Spectrophotometry

范 辉

FAN Hui

(南宁市环境保护监测站, 广西南宁 530012)

(Nanning Environmental Protection Monitoring Station, Nanning, Guangxi, 530012, China)

摘要:在过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮过程中,使用一次性 0.45 μm 过滤器对经碱性过硫酸钾消解后的水样进行过滤处理,去除絮凝沉淀对总氮测定的影响。结果显示,水样经过一次性 0.45 μm 过滤器过滤后,总氮浓度明显增加,略高于“三氮”浓度之和,数据比较合理。一次性 0.45 μm 过滤器能够快速有效地去除絮凝沉淀对总氮测定的影响,提高碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的准确度。

关键词:总氮 测定 准确度

中图分类号:X830.2 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2011)02-0090-03

Abstract: In detection of total nitrogen by using the potassium persulfate UV spectrophotometry, the 0.45 μm filtration is used to filter the digestion samples and remove the insoluble floc that interferences the results of total nitrogen. The total nitrogen of digestion samples filtered by the 0.45 μm filtration was increased and higher than the sum of the “three nitrogen” concentration. This result indicates that the comparability between the total nitrogen and the “three nitrogen” is improved and the data is reasonable. The 0.45 μm filtration can fast and effectively remove the insoluble floc and the utilization of potassium persulfate UV spectrophotometry can improve the accuracy of total nitrogen determination.

Key words: total Nitrogen, determination, accuracy

水中总氮指标指的是“三氮”与有机氮之和。而“三氮”是指水中的氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮。在有氧的条件下,水体的氮类在微生物作用下,易形成氨氮、亚硝酸盐,硝酸盐氮是含氮有机物氧化分解的最终产物。如硝酸盐氮检出高,而氨氮,亚硝酸盐氮的浓度不高时,表明生活污染已久,自净过程已完成,卫生学危害较小。反之,如氨氮、亚硝酸盐氮检出浓度较高,硝酸盐氮检出浓度不高时,表明生活污染仍在继续,自净过程尚未完全,卫生学危害较大。

湖泊、水库中含有超标的氮、磷类物质时,易造成浮游植物繁殖旺盛,出现富营养化状态。因此,总氮、氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮浓度以及相互间的浓度比例是衡量水质的重要指标之一。

总氮的测定方法有总氮加和法、气相分子吸收光谱法^[1]、过硫酸钾氧化—紫外分光光度法^[1]和仪器测定法(燃烧法)。目前,较为普遍的总氮测定方法为过硫酸钾氧化—紫外分光光度法。其方法原理是水样在 120~124 $^{\circ}\text{C}$ 的碱性介质条件下经过硫酸钾氧化后,使样品中的有机氮和无机氮转化为硝酸盐,用紫外分光光度计分别于波长 220nm 与 275nm 处测定其吸光度,按 $A = A_{220} - 2A_{275}$ 计算硝酸盐氮的吸光度值,从而计算总氮的含量。该方法要求摇

收稿日期:2011-03-29

修回日期:2011-04-14

作者简介:范 辉(1981-),男,工程师,主要从事环境监测工作。

匀水样后移取样品,即样品中悬浮物与液体一起参与消解反应。该方法在实际操作中经碱性过硫酸钾消解后水样往往由于絮凝沉淀而影响总氮测定的准确度,使总氮结果小于“三氮”之和,不能准确地掌握水体中含氮化合物的构成比例,从而无法准确地掌握水体中含氮化合物的污染与自净程度。本文针对不同来源水样消解后受到絮凝沉淀干扰的大小进行实验分析,使用一次性 0.45 μm 过滤器处理消解后水样,快速、有效地提高了碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的准确度。

1 实验仪器和试剂

实验仪器主要有:UV2501-PC 型紫外分光光度计(日本岛津公司出品)、一次性 0.45 μm 过滤器和戴安离子色谱仪水样前处理配套耗材。

实验试剂主要包括碱性过硫酸钾溶液和盐酸溶液(1+9)。碱性过硫酸钾溶液:称取 40g 过硫酸钾,15g 氢氧化钠,溶于无氨水中,稀释至 1000ml 制成。碱性过硫酸钾溶液对总氮测定结果至关重要,对每一批次的试剂均应做空白试验,符合要求方可使用。

2 实验结果与分析

2.1 总氮与“三氮”浓度比较

碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮,需要摇匀水样后移取样品进行分析,消解后水样出现的絮凝沉淀对总氮测定造成的影响如表 1 所示。

表 1 总氮与“三氮”浓度对比结果

序号	氨氮浓度 (mg/L)	亚硝酸盐氮浓度 (mg/L)	硝酸盐氮浓度 (mg/L)	“三氮”浓度 (mg/L)	总氮浓度 (mg/L)
1	0.343	未检出	1.66	2.00	1.90
2	0.406	未检出	1.57	1.98	1.83
3	0.301	未检出	1.53	1.83	1.74
4	0.519	未检出	1.49	2.01	1.90
5	0.386	未检出	1.59	1.98	1.87

由表 1 实验数据可知,消解后水样出现的絮凝沉淀会对总氮的测定造成负干扰,使总氮结果偏低,小于“三氮”之和。

2.2 自然沉降消解后水样去除干扰

静止放置消解后水样使其自然沉降 5h 后取上层清液进行分析的实验结果如表 2 所示。由表 2 数据可知,经过 5h 自然沉降后,水样的吸光值与浓度无明显变化,说明自然沉降只对较大颗粒的沉淀有效,对于絮凝沉淀的水样,无法通过自然沉降的方法消除干扰。

表 2 自然沉降实验结果

序号	未沉降			自然沉降 5h 后		
	A_{220}	$A_{275\text{nm}}$	总氮浓度 (mg/L)	A_{220}	A_{275}	总氮浓度 (mg/L)
1	0.583	0.072	20.2	0.533	0.036	21.3
2	0.581	0.072	20.1	0.558	0.054	20.7
3	0.514	0.050	19.0	0.509	0.042	19.5
4	0.463	0.032	18.2	0.450	0.025	18.3

2.3 过滤消解后水样去除干扰

为了避免滤纸中的氮进入样品导致总氮浓度测定偏高,选择使用戴安离子色谱仪水样前处理配套耗材一次性 0.45 μm 过滤器对消解后水样进行过滤分析,实验结果如表 3 所示。

表 3 使用 0.45 μm 过滤器过滤消解后水样实验结果

序号	未过滤			过滤后			“三氮”浓度 (mg/L)
	A_{220}	A_{275}	总氮浓度 (mg/L)	A_{220}	A_{275}	总氮浓度 (mg/L)	
1	0.268	0.025	1.90	0.247	0.005	2.09	2.00
2	0.256	0.023	1.83	0.245	0.006	2.05	1.98
3	0.245	0.022	1.74	0.231	0.007	1.90	1.83
4	0.270	0.026	1.90	0.260	0.007	2.17	2.01
5	0.250	0.018	1.87	0.247	0.007	2.05	1.98

由表 3 结果可知,消解后水样经过一次性 0.45 μm 过滤器过滤后,总氮浓度明显增加,略高于“三氮”浓度之和,数据比较合理。这说明导致碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮结果偏低的主要原因是絮凝沉淀导致 275 nm 波长吸光值偏高, $A = A_{220} - 2A_{275}$ 结果偏低,从而使总氮结果偏低。

2.4 不同水样消解后过滤前后总氮测定比对实验

对江水、湖水、废水等不同类型的水样消解后进行过滤前后比对实验分析的数据结果如表 4 所示。由表 4 可知,不同来源的水样消解后均受到絮凝沉淀的干扰,干扰程度的大小在 275nm 波长处的吸光值表现出来。参考 275nm 波长的吸光值,当湖水与江水样品大于 0.010、废水样品大于 0.020 时,可以判断此水样消解后受到絮凝沉淀的干扰,需去除才能得出准确的总氮浓度。经一次性 0.45 μm 过滤器过滤后,275nm 波长处的吸光值明显降低,总氮结果有所提高,与“三氮”数据的比较分析更为合理。这表明使用一次性 0.45 μm 过滤器消除消解后水样中絮凝沉淀的干扰效果显著,有效提高总氮的测定准确度。

表4 不同类型水样过滤前后比对实验结果

水样来源	未过滤			过滤后		
	A ₂₂₀	A ₂₇₅	总氮浓度 (mg/L)	A ₂₂₀	A ₂₇₅	总氮浓度 (mg/L)
湖水	0.191	0.026	1.18	0.180	0.007	1.45
	0.202	0.032	1.19	0.182	0.007	1.47
	0.218	0.034	1.29	0.190	0.008	1.53
江水	0.268	0.025	1.90	0.247	0.005	2.09
	0.256	0.023	1.83	0.245	0.006	2.05
	0.245	0.022	1.74	0.231	0.007	1.90
废水	0.583	0.072	20.2	0.514	0.013	22.6
	0.581	0.072	20.1	0.511	0.011	22.6
	0.514	0.050	19.0	0.475	0.007	21.3

3 结论

在过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮过程中,使用一次性 0.45 μm 过滤器对经碱性过硫酸钾消解后出现絮凝沉淀的水样进行过滤处理,总氮浓度明显增加,略高于“三氮”浓度之和,数据比较合理。对江水、湖水、废水等不同类型的水样经碱性过

硫酸钾消解后出现的絮凝沉淀,经一次性 0.45 μm 过滤器过滤后,275nm 波长处的吸光值明显降低,总氮结果有所提高,与“三氮”数据的比较分析更为合理。一次性 0.45 μm 过滤器能够快速有效地去除絮凝沉淀对总氮测定的影响,提高碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的准确度。该方法提高了总氮与“三氮”、有机氮之间数据的可比性,能够更好地帮助人们了解水体中含氮化合物的构成,掌握水体的污染与自净程度。

参考文献:

- [1] 国家环境保护局.水和废水监测分析方法[M].第4版.北京:中国环境科学出版社,2002.
- [2] 齐文启,孙宗光,石金宝,等.环境监测实用技术[M].北京:中国环境科学出版社,2006.
- [3] 中国环境监测总站.环境水质监测质量保证手册[M].第2版.北京:化学工业出版社,1994.

(责任编辑:邓大玉)

(上接第89页)

表1 精密度和回收率

项目	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	测定值($\mu\text{g/L}$)				RSD (%)	加标回收率 (%)
		1	2	3	平均值		
铅	20	21.6	21.3	21.5	21.4	0.7	107.0
	40	41.4	41.8	41.7	41.6	0.5	104.0
镉	20	19.4	19.6	19.8	19.6	1.0	98.0
	40	38.9	38.5	38.6	38.7	0.5	96.8

4 结束语

PDV6000plus 便携式重金属测定仪测定地表水中的铅和镉,检出限可以达到 5 $\mu\text{g/L}$,满足现行地表水评价标准中除 I 类地表水以外对检出限的要求,而且从准备工作开始到完成标准样品测定,所需时间约 50min,1 个样品测定时间约 3~5min,可以满足应急监测工作的需要。

PDV6000plus 便携式重金属测定仪的测定仪

主机、笔记本电脑、试剂和辅助用品箱均体积小、重量轻,一个人就能携带,而且只需 1 张足够大的桌子和电源就能进行操作,可以满足多种条件下的现场测定工作。

PDV6000plus 便携式重金属测定仪具有检出限基本满足要求、灵敏度高、分析时间短、携带方便、使用场所广泛等优点,可以在地表水铅和镉污染事故应急监测中推广使用。

参考文献:

- [1] 赵丽丽,武开业.便携式重金属测定仪在环境应急监测中的应用[J].科技信息,2010(31):772.
- [2] 水和废水监测分析方法编委会.水和废水监测分析方法[M].第4版.北京:中国环境科学出版社,2002.

(责任编辑:邓大玉)