

水中总氮测定有关问题的探讨

谢键羽

德庆县环境保护监测站

DOI:10.32629/eep.v2i10.488

[摘要] 对测定水中总氮的影响因素进行探讨,目的是提高测定水中总氮的准确度。

[关键词] 总氮; 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法; 影响因素; 消解

随着水体富营养化的日益加重,水质中总氮的脱除和监测成为当今环保的重要课题,总氮也是判断水质的重要指标之一。在水质分析中,碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法广泛应用于总氮的测定,其操作步骤比较简单,试剂少,但是如果实验过程操控不当,易出现空白值偏高等问题。对此,我们通过实验及数据分析对比,针对以上问题进行阐述。

1 概念问题

水中总氮的国家标准测定方法是碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法,其原理是在120-124度下,碱性过硫酸钾溶液使样品中含氮化合物的氮转化为硝酸盐,采用紫外分光光度法于波长220nm和275nm处,分别测定吸光度A₂₂₀和A₂₇₅,用两波长处吸光度测定值之差求得校准吸光度,利用标准曲线法计算总氮的含量。

2 实验影响因素

2.1 蒸馏水纯度

实验过程中对水的要求非常严格,普通的蒸馏水往往还达不到实验要求。这时需再做二次加工以得到无氨水。HJ 636-2012中有无氨水的配备方法,也可使用新制备的去离子水。根据笔者经验,蒸馏1000ml的无氨水,先前蒸出的200ml馏出液都要弃去,最后蒸出的200ml也要弃去,只保留中间蒸出的无氨水待用,否则,重蒸无氨水的空白值往往还不如制备之前的普通蒸馏水空白值好。因此,为确保空白值符合要求,应保证实验用水的纯度达到要求。

2.2 试剂的纯度

氢氧化钠、盐酸以选用优级纯试剂为宜,分析纯试剂一般达不到要求。不同厂家生产的过硫酸钾质量有所差别,有些厂家生产的过硫酸钾空白值高达0.100。因此,新购买的过硫酸钾必须做空白试验,符合要求后再用。因此,为确保空白值符合要求,应保证实验试剂的纯度达到要求。

2.3 试剂的配制、存放

碱性过硫酸钾的配制过程十分重要,掌握不好,会影响消解效果,对测定结果产生一定的影响。由于过硫酸钾的溶解速度非常慢,若要加快溶解,不能盲目加热,如要加热,最好采用水浴加热法,且水浴温度一定要低于60度,否则过硫酸钾会分解失效。配制该溶液时,可分别移取过硫酸钾和氢氧化钠,两者分开配制,再混合定容。

过硫酸钾的存放也要注意,应避免与还原性物质、硫、磷等混合存放,另外,过硫酸钾易吸潮,放出氧气,因此为避免失效,应将其放于干燥的试剂橱中。

2.4 实验室环境

总氮的分析应严格按照HJ 636-2012进行,保证每个步骤不受污染。不能在有使用氨水的实验环境下进行,室内不应含有扬尘、石油类及其它的氮化合物,更不能在分析氨氮等氮类项目的实验室中做总氮项目的分析,

所使用的试剂、玻璃器皿也要单独存放,避免交叉污染,影响空白值。

2.5 玻璃器皿的洗涤

所使用的玻璃器皿要经过1+9盐酸浸泡,并用无氨水冲洗2到3遍,否则也会造成空白值偏高或平行性较差的情况。

2.6 消解时间的控制

碱性过硫酸钾在220nm处有较大的吸收峰,在120至140度时,如果加热时间过短,碱性过硫酸钾在消解时会分解不完全,给样品吸光度的测定带来较大的正干扰。经笔者试验得出,在120至140度时,碱性过硫酸钾需经过50分钟以上消解,其吸光度才会降到较低水平并保持稳定。而标准方法中规定的加热时间为30分钟,实际上还不能使过硫酸钾完全分解,因此总氮测定中加热消解时间以50分钟为宜。

2.7 高压蒸汽灭菌锅的清洁维护

消解是总氮测定的关键步骤,而高压蒸汽灭菌锅是进行消解的工具,因此对高压蒸汽灭菌锅的清洁维护至关重要。高压蒸汽灭菌锅应无氨污染,并且每周进行清洗,定期检定压力表,并检查橡胶密封圈密封情况,避免因漏气而减压。

2.8 比色皿的注意事项

该项目的测定涉及两个波长(220nm和275nm),因此有条件的实验室应选择双光路紫外分光光度计,有方便快捷、避免反复调整波长产生测量误差、自动修正皿差等优点。

3 结束语

在总氮的测定过程中,要想得到准确可靠的分析数据,首先必须降低空白值,而影响空白值的因素有很多,其主要有:蒸馏水纯度、试剂纯度、实验环境等。因此为了得到准确可靠的分析数据,必须重视总氮测定的整个过程,掌握好每个环节,熟练每个技术规范,只有这样才能提供准确、可靠的监测数据,从而真实地反映水质优劣,更好地为环境管理服务。

[参考文献]

- [1]郝冬亮.碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的影响因素[J].中国给水排水,2014,30(12):148-150.
- [2]吴志旭,陈林茜.水中总氮测定有关问题的探讨[J].化学分析计量,2006,(01):57-58.
- [3]陶路.水质分析中总氮测定的常见问题及解决方法[J].节能与环保,2019,(10):49-50.
- [4]史竞男,刘荣梅.测定总氮时应注意的几个问题[J].环境科学与管理,2005,(04):97-98.
- [5]宋国明.过硫酸钾氧化紫外分光光度法测定总氮的探讨[J].科技信息,2009,(02):558.