

# 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法影响因素研究

张亚庆

山西省临汾生态环境监测中心

DOI:10.12238/eep.v7i1.1888

**[摘要]** 本文研究了碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮过程中可能受到的各种影响因素,包括消解温度、压力、时间、溶液酸碱度、共存离子等。通过对这些因素的深入研究,得出了各因素对总氮测定的影响程度和规律,为提高测定准确性和可靠性提供了理论依据。

**[关键词]** 碱性过硫酸钾; 紫外分光光度法; 测定总氮

中图分类号: TQ443.2 文献标识码: A

Study on the influencing factors of alkaline potassium persulfate digestion in ultraviolet spectroscopy

Yaqing Zhang

Shanxi Linfen Ecological Environment Monitoring Center

**[Abstract]** This paper studied various factors in the determination of UV spectrophotometry by alkaline potassium persulfate, including digestion temperature, pressure, time, solution pH, coexisting ions, etc. Through further study of these factors, the influence and regularity of each factor on the total nitrogen determination are obtained, which provides a theoretical basis for improving the accuracy and reliability of the measurement.

**[Key words]** Alkaline potassium persulfate; Ultraviolet Spectrophotometry; determination of total nitrogen

## 引言

水体中的总氮含量是反映水体污染状况和生态健康的重要指标之一,准确测定水体中的总氮含量对于环境保护、水体治理和生态系统研究等方面都具有重要意义,碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法是一种常用的总氮测定方法,但该方法在操作过程中容易受到多种因素的影响,从而影响测定结果的准确性和可靠性。因此,研究这些影响因素对于提高总氮测定的准确性和可靠性具有重要意义。

### 1 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮原理

#### 1.1 紫外分光光度法测定总氮的原理

紫外分光光度法是一种常用的分析方法,能够通过物质的吸收光谱来测定其浓度。在测定总氮时,紫外分光光度法可以通过测量溶液在紫外光区域吸光的强度来推断溶液中总氮的含量。

##### 1.1.1 紫外吸收原理

紫外线是指波长范围在190-400纳米的电磁辐射,对应于光的能量较高的区域。当物质吸收紫外光后,其分子发生能量跃迁,电子从基态跃迁到激发态。这种能量跃迁会导致溶液对特定波长的紫外光产生吸收现象。吸光的强度与物质浓度成正比关系,可以使用比尔定律来描述吸光度与浓度之间的关系<sup>[1]</sup>。

##### 1.1.2 碱性过硫酸钾消解法

在测定总氮前,有机氮和无机氮需要转化为硝酸盐。碱性过

硫酸钾消解法是一种常用的样品前处理方法。该方法使用氧化剂过硫酸钾和碱钠氢氧化物,在高温下使有机氮和无机氮转化为硝酸盐。硝酸盐具有一定的吸光性质,可以在紫外分光光度法中被测量<sup>[2]</sup>。

##### 1.1.3 总氮的分析测定

在样品经过碱性过硫酸钾消解后,含有硝酸盐的溶液会具有一定的吸光性质。为了测定总氮浓度,可以选择适当的波长进行紫外光吸收测量。常用的波长范围是200-220纳米,因为硝酸盐的吸光峰通常在这个波长范围内。

##### 1.1.4 标准曲线法

为了确定溶液中总氮的浓度,需要建立一条标准曲线。首先制备一系列不同浓度的标准溶液,可以使用已知浓度的氨水、硝酸铵或其他含氮物质。然后,使用紫外分光光度计测量这些标准溶液的吸光度。通过绘制吸光度与总氮浓度之间的线性关系图,得到标准曲线。接下来,通过测量待测样品的吸光度,利用标准曲线可以推算出溶液中总氮的浓度<sup>[3]</sup>。

紫外分光光度法测定总氮的原理是利用样品溶液中硝酸盐的吸光性质,通过测量紫外光谱中特定波长处的吸光度,来推断样品中总氮的含量。这种方法便捷、快速,适用于总氮浓度的测定。

##### 1.2 碱性过硫酸钾消解法的原理

碱性过硫酸钾消解法是一种常用的样品前处理方法,用于

将有机物和无机物转化为容易分析的形式。它的原理是利用氧化剂过硫酸钾和碱(通常是氢氧化钠)的反应,在高温和碱性条件下将样品中的有机物和无机物转化为相应的离子。

#### 1.2.1 氧化剂作用

过硫酸钾( $K_2S_2O_8$ )是一种强氧化剂,其分子中包含两个硫酸根离子( $SO_4^{2-}$ )。在碱性条件下,过硫酸钾能够分解产生活性的硫酸根离子。硫酸根离子具有强氧化性,可以与有机物和无机物发生氧化反应,将它们转化为相应的氧化产物。

#### 1.2.2 碱性条件

碱性环境对样品的消解有着关键的作用。在碱性介质中,一些有机物和无机物更容易发生反应和分解。碱性环境可以促进氧化反应的进行,并且有助于控制溶液的pH值,避免产生干扰物质或副产物。

#### 1.2.3 有机物的氧化

在碱性过硫酸钾消解过程中,有机物会被氧化为相应的无机物。例如,有机氮化合物(如蛋白质、尿素等)会被氧化为无机硝酸根离子( $NO_3^-$ ),有机碳化合物(如有机酸、有机碳酸盐等)会被氧化为无机碳酸根离子( $CO_3^{2-}$ )。这种氧化反应使得有机物转化为无机离子,便于后续的分析测定。

#### 1.2.4 无机物的转化

碱性过硫酸钾消解还可以将一些无机物转化为容易分析的形式。例如,无机氮化合物如硝酸盐( $NO_3^-$ )和亚硝酸盐( $NO_2^-$ )会被氧化为硝酸根离子,硫化物( $S^{2-}$ )会被氧化为硫酸根离子。这些无机物的转化也有助于后续的分析测定,并使得样品中的各种氮化合物均以相同的形式存在,便于测定不同氮形式的含量。

#### 1.2.5 热和时间的作用

碱性过硫酸钾消解中,高温和足够的反应时间对反应的进行至关重要。高温能够加速化学反应的速率,使样品中的有机物和无机物更易被氧化。充分的反应时间可以确保样品中的全部有机物和无机物都被转化为相应的离子形式,并减少分析时的误差。

碱性过硫酸钾消解法利用过硫酸钾和碱的反应,在高温和碱性条件下将样品中的有机物和无机物氧化为相应的离子形式。这种方法可以将样品转化为易于分析的形式,并可用于测定有机物和无机物的含量。由于其简单、可靠且适用于不同类型的样品,碱性过硫酸钾消解法在分析化学和环境科学领域中得到广泛应用。

## 2 实验方法与材料

### 2.1 实验过程

碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法是一种基于过硫酸钾在碱性条件下分解产生氧化性的羟基自由基,将水样中的有机氮和氨氮氧化为硝酸盐,然后通过紫外分光光度法测定硝酸盐的吸光度,从而计算出总氮含量的方法。该方法的线性范围为 $0.02\sim 1.0\text{mg/L}$ ,检出限为 $0.01\text{mg/L}$ ,相对标准偏差为 $0.046\%$ 。

### 2.2 实验仪器与试剂

实验仪器包括紫外分光光度计、压力锅、电子天平等。试剂包括碱性过硫酸钾溶液、硝酸盐标准溶液、实验用水等。

### 2.3 实验步骤

实验步骤包括样品准备、样品消解、样品稀释、紫外分光光度测定等。

## 3 实验结果与分析

### 3.1 消解温度的影响

在碱性过硫酸钾消解过程中,温度对消解效果和总氮测定的准确性有重要影响。要求高压蒸汽灭菌器最高工作压力不低于 $1.1\sim 1.4\text{kg/cm}^2$ ,最高工作温度应在 $120\sim 124^\circ\text{C}$ 。实际测定中需严格控制消解温度和压力,应定期检定高压蒸汽灭菌器的压力表,检查橡胶密封圈密封情况,避免因漏气而减压。为了研究消解温度对总氮测定的影响,分别设置了 $40^\circ\text{C}$ 、 $60^\circ\text{C}$ 、 $80^\circ\text{C}$ 和 $100^\circ\text{C}$ 四个温度水平,对同一水样进行了消解和紫外分光光度测定。实验结果表明,随着温度的升高,总氮测定值逐渐增大。当温度为 $100^\circ\text{C}$ 时,总氮测定值比 $40^\circ\text{C}$ 时提高了约15%。这可能是因为高温有助于过硫酸钾分解产生更多的羟基自由基,从而提高了总氮的氧化效率。但同时,高温也会导致部分硝酸盐分解产生氮气,从而影响总氮测定值的准确性。因此,在选择消解温度时,应根据实际情况进行优化,以获得最佳的测定效果。建议在实验操作中控制消解温度为 $80^\circ\text{C}$ 左右<sup>[4]</sup>。

### 3.2 压力的影响

在碱性过硫酸钾消解过程中,压力对消解效果和总氮测定的准确性也有重要影响。为了研究压力对总氮测定的影响,分别设置了 $0.1\text{MPa}$ 、 $0.2\text{MPa}$ 、 $0.3\text{MPa}$ 和 $0.4\text{MPa}$ 四个压力水平,对同一水样进行了消解和紫外分光光度测定。实验结果表明,随着压力的增加,总氮测定值逐渐增大。当压力为 $0.4\text{MPa}$ 时,总氮测定值比 $0.1\text{MPa}$ 时提高了约20%。这可能是因为高压有助于提高溶液的溶解度和过硫酸钾的分解速率,从而提高了总氮的氧化效率。但同时,高压也会导致部分硝酸盐分解产生氮气,从而影响总氮测定值的准确性。因此,在选择消解压力时,应根据实际情况进行优化,以获得最佳的测定效果。建议在实验操作中控制消解压力为 $0.2\text{MPa}$ 左右。

### 3.3 时间的影响

在碱性过硫酸钾消解过程中,消解时间对总氮测定的准确性也有一定影响。碱性过硫酸钾在 $220\text{nm}$ 处有强烈的特征吸收,这种吸收在消解过程中随着碱性过硫酸钾的不断分解而逐渐减弱,随着加热时间的增长碱性过硫酸钾的吸收随之降低,建议消解时间控制在 $45\text{min}$ ,就可达到降低空白实验值并保持稳定的目的。为了研究消解时间对总氮测定的影响,分别设置了 $15\text{min}$ 、 $30\text{min}$ 、 $45\text{min}$ 和 $60\text{min}$ 四个时间水平,对同一水样进行了消解和紫外分光光度测定。实验结果表明,随着时间的延长,总氮测定值逐渐增大。当时间为 $60\text{min}$ 时,总氮测定值比 $15\text{min}$ 时提高了约10%。这可能是因为随着时间的延长,过硫酸钾分解产生的羟基自由基与水样中的有机氮和氨氮反应时间更长,从而提高了总氮的氧化效率<sup>[5]</sup>。

### 3.4 溶液酸碱度的影响

溶液的酸碱度是影响碱性过硫酸钾消解效果的一个重要因素。为了研究酸碱度对总氮测定的影响,分别将实验用水调节至pH3、pH5、pH7和pH9,并使用相同浓度的碱性过硫酸钾溶液进行消解和紫外分光光度测定。实验结果表明,随着pH的升高,总氮测定值逐渐增大。当pH为9时,总氮测定值比pH为3时提高了约12%。这可能是因为高pH环境有助于促进过硫酸钾的分解反应,从而提高总氮的氧化效率。但同时,过高的pH值可能导致部分硝酸盐分解产生氮气,从而影响总氮测定值的准确性。因此,在实验操作中应控制溶液酸碱度在pH7~8之间,以获得最佳的测定效果。

### 3.5 共存离子的影响

受生产工艺影响,国产试剂中含氮量较高,往往会造成空白实验值偏高,实验显示,空白吸光度值测定结果通常会出现大于2的情况,导致无法正常比色测定。除使用进口试剂外,国产过硫酸钾采用二次重结晶的方法提纯后可以满足实验测定需要。水样中常见的共存离子如氯离子、硫酸根离子、硝酸根离子等可能对总氮测定产生干扰。为了研究这些离子对总氮测定的影响,在不同浓度的共存离子存在下进行了消解和紫外分光光度测定。实验结果表明,当共存离子浓度较高时,总氮测定值可能受到影响。其中,氯离子和硫酸根离子的干扰较为明显,而硝酸根离子的干扰较小,这可能是因为这些离子与过硫酸钾反应生成副产物,从而影响总氮的氧化效率。

## 4 讨论

通过对碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮过程中可能受到的各种影响因素的研究,发现消解温度、压力、时间、溶液酸碱度和共存离子等因素对总氮测定的影响具有规律性和可预测性。通过控制消解温度在80℃左右、压力在0.2MPa左右、消解时间在30min左右、溶液酸碱度在pH7~8之间以及采用适当的预处理方法去除或降低共存离子的浓度,可以有效地提高总氮测定的准确性和可靠性。通过对影响因素的研究和实验条件

的优化,可以提高碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的准确性和可靠性。这对于环境保护、水体治理和生态系统研究等领域具有重要意义。然而,仍需注意其他潜在影响因素如样品采集、保存、实验操作步骤等对总氮测定的影响,需要在后续研究中加以关注和探讨。

## 5 结语

碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法是一种常用的测定总氮浓度的分析方法,通过对该方法的影响因素进行研究,可以了解各个因素对测定结果的影响程度,确保测量的准确性和可靠性。碱性条件是影响碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的重要因素,较高的碱性可以促进有机物和无机物的氧化反应,从而提高氮样品的转化率。研究表明,在适当的碱性条件下,总氮的转化率更高,测定结果更准确。消解温度是影响碱性过硫酸钾消解的另一个重要因素。较高的温度可以增加反应速率,加快样品中有机物和无机物的氧化反应。然而,过高的温度可能导致样品中的一些氮化合物损失或挥发,从而影响测定结果。研究表明,在适宜的消解温度下(通常为100~120℃),能够保证样品的完全消解且不引起氮化物的损失。反应时间是影响测定结果准确性和灵敏度的重要因素。过短的反应时间可能无法充分转化样品中的有机物和无机物,导致总氮含量被低估。

### [参考文献]

- [1]李祺炜.碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的影响因素分析[J].生物化工,2023,9(2):144-147.
- [2]朱传凯,朱涵静.紫外分光光度法测定地表水中总氮[J].河南化工,2023,40(7):58-59.
- [3]程秋红.水中总氮测定时空白吸光值的影响因素分析[J].海峡科学,2023,(5):35-38.
- [4]王晓雯,李艳,王炜.水质总氮测定方法的适用性评价及关键影响因素分析[J].环境保护与循环经济,2023,43(7):74-76.
- [5]朱青青,黄玲.紫外分光光度法测定水中总氮的影响因素研究[J].化工设计通讯,2023,49(3):61-63.