

# 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定水中总氮控制条件探讨

朱平辉 刘 波

湖南省邵阳生态环境监测中心 湖南 邵阳 422000

**摘要:** 水质中总氮采用碱性过硫酸钾消解紫外光度法测定的准确度往往不太容易把握。本文通过以不同含氮标准溶液或混合含氮标样进行监测,研究水质中总氮碱性过硫酸钾消解紫外光度法的监测方法,得出了严格控制实验条件、按照标准方法规范操作是获得理想监测结果的关键。

**关键词:** 水质;总氮;消解;监测

在日常环境监测工作中,水质中几种形态的氮主要包含无机铵盐、溶解态氨、 $\text{NO}_3\text{-N}$ 、 $\text{NO}_2\text{-N}$ 、有机氮,它们之间形态可通过生物或者化学作用互相转化。测定水质中总氮含量,可以知道水体中污染现状,为相关管理部门在环境治理方面提供科学依据。在人类活动中,人们生活所产生的污水或工业生产过程中产生的含氮废水排入水体中,使水体中含氮量大幅增加,容易造成水质中微生物过量生长,微生物呼吸时造成水中溶解氧降低,使水质状况量恶化,另外,湖泊、水库中含氮量增加时,会造成浮游生物快速生长,出现水华现象,造成水质严重恶化。因此,在日常环境监测中,总氮是水质监测中重要监测指标之一。

水中总氮的测定通常采用碱性过硫酸钾消解,使有机氮和无机氮化合物转变为硝酸盐,用紫外分光光度计测定。本文通过以不同标准溶液或混合标样进行测定研究了碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定水中总氮的监测方法,得出了严格控制分析条件是获得满意监测结果的关键。

## 1 实验情况

### 1.1 方法原理

把过硫酸钾溶液加热到 $60^\circ\text{C}$ 以上,过硫酸钾可分解产生硫酸氢钾和O原子,硫酸氢钾在溶液中离解而释放 $\text{H}^+$ ,在强碱性条件下可使分解反应基本完全。

过硫酸钾分解产生的O原子在 $120\sim 124^\circ\text{C}$ 条件下,可让样品中含氮化合物中的N全部氧化成硝酸盐。其中有机物同时被氧化分解,可利用紫外分光光度计于波长 $220\text{nm}$ 、 $275\text{nm}$ 处,分别测出吸光度 $A_{220}$ 及 $A_{275}$ 按式(1)求出校正吸光度A:

$$A = A_{220} - 2A_{275} \quad (1)$$

### 1.2 实验所用设备与试剂耗材

紫外分光光度计

1cm石英比色皿

手提式蒸汽灭菌锅(压力为 $1.1\sim 1.4\text{Kg}/\text{cm}^2$ ),相应温度为 $121\sim 124^\circ\text{C}$ 。

25ml具玻璃磨口塞比色管

NaOH溶液 $200\text{g}/\text{L}$ :用电子天平称量 $20\text{g}$ 固体NaOH,溶于无氨水中,再用无氨水稀释到 $100\text{ml}$ 。

NaOH溶液 $20\text{g}/\text{L}$ :用电子天平称量 $2\text{g}$ 固体NaOH,溶于无氨水中,再用无氨水稀释到 $100\text{ml}$ 。

碱性过硫酸钾溶液:用电子天平称量 $40\text{gK}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ,再称量 $15\text{gNaOH}$ ,溶于无氨水中,用无氨水稀释至 $1000\text{ml}$ ,保存在聚乙烯瓶内,保质期为7天。

HCL溶液:  $1+9(\text{V}/\text{V})$ 。

$\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液:  $1+35(\text{V}/\text{V})$ 。

$\text{KNO}_3$ 标准溶液:  $C = 10\text{mg}/\text{L}$ 。

$\text{NH}_3\text{-N}$ 标准溶液:  $C = 10\text{mg}/\text{L}$ 。

$\text{NO}_2\text{-N}$ 标准溶液:  $C = 10\text{mg}/\text{L}$ 。

实验用水: 无氨水。

### 1.3 样品

#### 1.3.1 采样

在水样采集后立即放入低于 $4^\circ\text{C}$ 的冰箱里保存,保质期为 $24\text{h}$ 。

水样采集后,需保存较长时间时,可在 $1\text{L}$ 水样中加入 $0.5\text{ml}$ 浓硫酸,使水样中 $\text{pH}$ 小于 $2$ ,并尽早监测。

样品可储存在玻璃瓶中。

#### 1.3.2 试样的制备

取实验样品,再用 $20\text{g}/\text{LNaOH}$ 溶液或 $1+35$ 酸溶液,调节样品 $\text{pH}$ 至 $5\sim 9$ 。

### 1.4 分析步骤

#### 1.4.1 测定

a.取10ml样品(N含量超过100 $\mu$ g时,可减少取样量并加无氨水稀释至10ml)置于比色管中。

b.在样品中加入5ml碱性过硫酸钾溶液,把比色管磨口塞塞紧,并用纱布绑紧,防止高温高压时冲开。

c.将绑紧后的比色管置于手提式蒸汽灭菌器中,加热至顶压阀出气时关闭,在温度达到120 $^{\circ}$ C开始计时。并保持温度在120~124 $^{\circ}$ C加热30分钟。

d.消解完毕后,自然冷却,开阀放气,取出比色管并冷却至室温,按住管塞将比色管中溶液颠倒2~3次。

e.加入1+9盐酸1ml,用无氨水稀释至25ml标线。

f.在紫外光度计上,以实验用无氨水作参比,用1cm石英比色皿分别在220nm及275nm波长处测得吸光度,并计算出校正吸光度 $A_c$ 。求出相应样品中总氮的量。

#### 1.4.2 校准曲线的绘制

a.分别取0、0.10、0.50、1.00、3.00、5.00、10.00ml硝酸钾标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )或氨氮标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )或亚硝酸盐氮标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ ),加无氨水稀释至10ml标线。

b.按1.4.1中b至f步骤测定,再按下式求出除零浓度外其他校准系列的校正吸光度 $A_s$ 和零浓度的校正的吸光度 $A_b$ 及其差值 $A_r$ ,按 $A_r$ 值与相应的标准溶液含量绘制标准曲线。

$$A_s = A_{s220} - 2A_{s275} \quad (2)$$

$$A_b = A_{b220} - 2A_{b275} \quad (3)$$

$$A_r = A_s - 2A_b \quad (4)$$

## 2 结果和讨论

### 2.1 实验条件的控制

2.1.1 碱性过硫酸钾应尽量在60 $^{\circ}$ C水浴中配置,防止

温度过高导致过硫酸钾分解。过硫酸钾应存放在干燥的试剂柜中,防止吸潮变质。

2.1.2 总氮的监测应在无氨的实验室环境中进行,避免含氮类化合物对测定产生影响。

2.1.3 实验用水必须使用无氨水,实验玻璃器皿应事先用1+9盐酸浸泡6小时以上,再用无氨水冲洗3次以上方可使用。

2.1.4 使用手提式蒸汽灭菌器须等其自然冷却后才可以开阀放气,再拿出比色管自然冷却至室温。

2.1.5 实验使用的无氨水需实验前现场配制,GB11894—89中指出“弃去前50ml馏出液”,但实际经验显示,需弃去前100ml及最后100ml馏出液,只保留中间蒸出的无氨水。

2.1.6 比色时最好采用双光路紫外光度计,可以避免反复调整波长产生测量误差。若无双光路光度计,建议在测定完一组样品在220nm处波长吸收值后,再调整到275nm处波长,统一测定。

2.2 分别用硝酸钾标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )、氨氮标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )、亚硝酸盐氮标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )配置标准曲线结果如下: $C_N = kA + b$

标准溶液名称	线性相关系数r	斜率k	截距b
硝酸钾标准溶液	0.9997	4.1523	-0.02230
氨氮标准溶液	0.9996	4.4622	-0.06197
亚硝酸盐氮标准溶液	0.9994	4.1809	-0.02721

2.3 分别用硝酸钾标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )、氨氮标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )、亚硝酸盐氮标准溶液( $C_N = 10\text{mg/L}$ )配置不同的标样测定结果如下:

单个标样测定结果

标准溶液名称	加标浓度 (mg/L)								
	硝酸钾标准溶液	/	/	/	0.20	2.40	/	/	/
氨氮标准溶液	1.20	2.00	4.00	/	/	/	/	/	/
亚硝酸盐氮标准溶液	/	/	/	/	/	/	0.40	1.20	2.00
测定值mg/L	1.17	1.93	3.76	0.20	2.36	0.41	1.22	2.09	
回收率%	97.5	96.5	94.0	100.0	98.3	102.5	101.7	104.5	

混合标样测定结果

标准溶液名称	加标浓度 (mg/L)								
	硝酸钾标准溶液	0.20	1.20	0.20	0.40	/	1.20	0.40	1.20
氨氮标准溶液	0.20	1.20	/	/	0.40	/	0.20	0.20	
亚硝酸盐氮标准溶液	/	/	0.20	0.40	0.40	1.20	0.40	1.20	
测定值mg/L	0.40	2.51	0.38	0.86	0.87	2.38	0.81	2.62	
回收率%	100.0	104.6	95.0	107.5	108.8	99.2	101.2	100.5	

本底加标测定结果

标准溶液名称	加标浓度 (mg/L)								
	硝酸钾标准溶液	0.20	2.40	/	/	/	/	0.20	0.20
氨氮标准溶液	/	/	0.40	0.40	/	/	0.20	0.20	
亚硝酸盐氮标准溶液	/	/	/	/	0.40	0.40	0.40	0.40	
本底值mg/L	0.66	4.16	0.94	1.00	0.94	1.00	0.94	1.00	
本底加标测定值mg/L	0.86	6.52	1.36	1.39	1.34	1.39	1.72	1.77	
回收率%	100.0	98.3	105.0	97.5	100.0	97.5	97.6	96.2	

2.4 同时测定同一水样中氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和总氮结果如下：

项目名称 \ 序号	1	2	3	4
硝酸盐氮mg/L	1.59	1.54	1.74	1.72
氨氮mg/L	0.88	0.99	0.92	0.91
亚硝酸盐氮mg/L	0.064	0.072	0.072	0.076
总氮mg/L	3.75	4.16	3.91	4.06

2.5 测定上述不同浓度含量 (0.20~4.00mg/L) 的合成样品，实验室内均值相对误差为0.94%~4.87%。

### 3 结论

实验表明，只要严格控制实验条件，采用碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定水中总氮无论采用哪种含氮化合物标准溶液都能获得准确满意的监测结果。

### 参考文献

- [1] HJ636-2012《水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》。
- [2] 水和废水监测分析方法；北京；中国环境科学出版社，2002。
- [3] GB11894-89《水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》