

浅谈水样分析中总氮的测定

王航

扬州市邗江生态环境局

DOI:10.12238/eep.v6i1.1709

[摘要] 总氮是环境监测中比较重要的一个数据,总氮测定是一种常规的测定。我们总认为总氮的曲线很稳定,测定起来也不是很难,但是笔者认为要把总氮测定工作做好,做准确还是有一定难度的。要把总氮测定工作做好要注意很多方面,如:环境、试剂、仪器、操作步骤等等。本文将一一做分析与讨论。

[关键词] 碱性过硫酸钾; 总氮; 紫外分光; 影响因素

中图分类号: S143.3+2 **文献标识码:** A

Discussion on the Determination of Total Nitrogen in Water Sample Analysis

Hang Wang

Yangzhou Hanjiang Ecological Environment Bureau

[Abstract] Total nitrogen is an important data in environmental monitoring, and the determination of total nitrogen is a routine determination. We always think that the curve of total nitrogen is very stable and it is not difficult to measure it, but the author believes that it is still difficult to do a good job in the determination of total nitrogen. To do a good job in the determination of total nitrogen, we should pay attention to many aspects, such as the environment, reagents, instruments, operating procedures, and so on. This article will analyze and discuss one by one.

[Key words] alkaline potassium persulfate; total nitrogen; ultraviolet spectroscopy; influencing factors

水中的总氮是无机氮和有机氮的总和。总的来说,天然水中的总氮含量并不高,但随着经济的快速发展,水体富营养化越来越严重,总氮已成为评估地表水和饮用水水源的重要指标。目前,我站采用的测定方法为碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法(HJ636-2012),该方法于2012年刚刚发布。本法代替了碱性过硫酸钾消化紫外分光光度法(GB11894-1989)。根据分析和对比,发现两种方法的影响因素都很多;而新方法对实验空白值的要求更高。本文将重点对新方法的影响因素进行分析和讨论。

1 环境因素的影响

众所周知,总氮测定是分析水中的无机氮和有机氮,空气中能溶于水的任何形态的氮都将会对总氮的分析和测定有所影响,那么实验室环境对总氮测定的影响是不容忽略的。首先,应当保证总氮测定室远离卫生间。卫生间的空气含有大量的氮,如果总氮测定室离卫生间近的话,空气中各种形态的氮都将会对测定结果产生影响。其次,总氮测定室应当尽量做到一室专项,就是总氮不要和其它项目共用一个测定室。其它测定项目所使用的化学试剂中或多或少都含有氮的成分,如若这些成分残留在空气中,将会对总氮的测定产生一定的影响。如果有的化验室因为

各方面条件的限制,不能把总氮单独放在一个测定室,也应当做好调查和研究,把测定过程中不牵涉到氮的项目和总氮放在一个测定室。在总氮的整个测定过程中测定室的室内环境和空气环境要保持相对稳定,这样才能保证测定结果不存在较大误差,有效控制实验数据的精密性。

2 试剂的影响

2.1 实验用水

在碱性过硫酸钾紫外分光光度法消化中,测定过程中使用无氨水。使用无氨水的目的是消除所用试剂水中的氨离子对总氮测定的影响。邵亚凤^[1]等人通过实验分析表明,在相同的加热条件下,使用相应的去离子水和蒸馏水制备试剂,并选择相同批号的过硫酸钾试剂,空白值在0.023-0.040之间,表明对空值的影响很小,两种水测定标准的平均值在规定范围内。此外,苏晓燕^[2]提出,用阴离子和阳离子交换树脂处理的去离子水的空值在0.027-0.032之间,标准样品的测量结果与真实值相符,表明去离子水满足实验要求。孔凡彬^[3]使用无氨水、蒸馏水和去离子水测定总氮,无氨水达到最佳效果。六次测定无氨水的空值范围为0.006-0.022,六次测定蒸馏水的空数值范围为0.020-0.033;六次测定去离子水的空值范围为0.032-0.059。

笔者使用无氨水、蒸馏水和去离子水来测定总氮, 实验结果与此基本一致。因此, 为了提高总氮测定结果的准确性和精确度, 建议使用新鲜的无氨水进行实验。

针对这两种水笔者进行了实验, 在保证同一批试剂(进口过硫酸钾)、同一台仪器、同一个人且同一个环境的情况下, 分别采用了娃哈哈去离子水、屈臣氏去离子水、热电厂蒸馏水、实验室自制蒸馏水、经阴阳离子交换树脂处理的去离子水以及无氨水进行了多次空白实验。实验数据如下:

	空白值 1	空白值 2	空白值 3	空白值 4	空白值 5	均值
娃哈哈去离子水	0.022	0.025	0.020	0.023	0.021	0.022
屈臣氏去离子水	0.023	0.022	0.024	0.025	0.021	0.023
热电厂蒸馏水	0.029	0.036	0.029	0.032	0.035	0.032
实验室自制蒸馏水	0.020	0.022	0.019	0.021	0.020	0.020
经阴阳离子交换树脂处理的去离子水	0.022	0.023	0.021	0.019	0.020	0.021
无氨水	0.018	0.019	0.022	0.020	0.022	0.020

通过实验数据我们可以看出, 娃哈哈去离子水空白数值在0.020-0.025之间, 五次均值为0.022, 符合方法标准要求; 屈臣氏去离子水空白数值在0.021-0.025之间, 五次均值为0.023, 符合方法标准要求; 热电厂蒸馏水空白数值在0.029-0.036之间, 五次均值为0.032不符合方法标准要求, 实验室自制蒸馏水空白数值在0.019-0.022之间, 五次均值为0.020, 符合方法标准要求; 经阴阳离子交换树脂处理的去离子水空白数值在0.019-0.023之间, 五次均值为0.021, 符合方法标准要求; 无氨水空白数值在0.018-0.022之间, 五次均值为0.020, 符合方法标准要求。综上, 除热电厂蒸馏水不符合方法标准要求外, 其余实验用水皆符合方法标准要求, 其中无氨水最为稳定, 空白值最低。

2.2 过硫酸钾试剂纯度及过硫酸钾溶液存储时间

实验中使用的过硫酸钾试剂必须是有效期内的分析纯过硫酸钾。如有必要, 应对过硫酸钾进行提纯或重结晶, 以去除溶液中的氮氮化合物和其他杂质。研究人员^[2]将氨气注入碱性过硫酸钾溶液中, 以去除NH并降低空值。近年来, 笔者使用无氨水和AR级过硫酸钾纯结晶法测定了0.02±0.05的空值范围。目前, 市场上有许多生产过硫酸钾的制造商。由于制造商和生产批次不同, 它也是A类R过硫酸钾, 但仍存在差异, 因此建议每用一瓶过硫酸钾都要做试剂空白。另外过硫酸钾溶液贮存时间对于总氮的空白也有较大影响, 实验证明^[3]: 碱性过硫酸钾溶液贮存3d

对测定结果基本无影响, 随着时间的延长, 空白值也随着增大, 贮存7 d后空白值为0.071/0.000, 9d为0.433/0.017。这一点赵勇芳^[4, 5]等也做了相应证明。因此建议碱性过硫酸钾应该正确贮存, 且贮存时间不应过长。

近几年, 试剂的纯度明显下降, 总氮实验要求过硫酸钾试剂为分析纯, 但在目前的工作中发现, 现有的分析纯过硫酸钾压根无法满足实验要求。目前实验过程中, 更多的检测机构使用进口过硫酸钾。对此, 笔者在同一仪器、同一环境且其他试剂为同一批的情况下, 针对分析纯过硫酸钾、优级纯过硫酸钾、实验室重新结晶提纯的过硫酸钾、进口过硫酸钾等几种不同的过硫酸钾进行了空白值的测定实验。数据如下:

	空白值 1	空白值 2	空白值 3	空白值 4	空白值 5	均值
分析纯过硫酸钾	0.045	0.052	0.049	0.060	0.055	0.052
优级纯过硫酸钾	0.032	0.028	0.032	0.029	0.027	0.030
实验室重新结晶提纯的过硫酸钾	0.022	0.025	0.023	0.025	0.027	0.024
进口过硫酸钾	0.025	0.023	0.024	0.022	0.023	0.023

通过实验, 我们可以看出: 分析纯过硫酸钾空白数值在0.045-0.060之间, 均值为0.052, 不满足分析方法标准要求; 优级纯过硫酸钾空白数值在0.027-0.032之间, 均值为0.030, 虽有部分值满足分析方法标准要求, 但仍存在较大风险不可用; 实验室重新结晶提纯的过硫酸钾空白数值在0.022-0.027之间, 均值为0.024, 满足分析方法标准要求; 进口过硫酸钾空白数值在0.022-0.025之间, 均值为0.023, 满足分析方法标准要求。综上, 目前市场上的分析纯过硫酸钾不可以做总氮, 优级纯过硫酸钾亦存在一定风险不建议使用, 而实验室重新结晶提纯后的过硫酸钾以及进口过硫酸钾完全满足总氮分析方法标准的要求, 可以使用。但重新结晶提纯考验一个实验员的技术水平的同时也费时费力, 而进口过硫酸钾的价格相对优级纯过硫酸钾价格昂贵, 因此两种可以使用的过硫酸钾各有利弊, 建议根据实验室自己特点选择使用。

3 仪器的影响

总氮的分析一般用的是紫外分光光度计, 用的是上海光谱仪器有限公司生产的紫外可见分光光度计, 型号为SP-1900。经过一段时间的实验, 笔者发现该仪器在使用前需要预热达半小时以上, 这样测定的数据才能够稳定和精确。在日常使用中, 要时刻保持仪器比色槽的清洁, 同时也应当注意比色皿光面的清洁。仪器在使用一段时间后, 要对仪器进行维护。重点检查光源是否稳定。当实验数据不是很稳定, 影响读数时, 建议找厂家更

换光源和进行必要的维护。

4 实验步骤的影响

4.1 消解过程的影响

总氮测定过程中消解时间不够或高压锅压力不足,都会造成过硫酸钾消解不完全,从而造成空白值偏高。研究表明^[3, 5]在220nm处时,碱性过硫酸钾本身有强烈的吸收,这种吸收随着加热时间的延长,过硫酸钾在220nm的吸收逐渐降低。另外研究表明^[6, 8]:氧化压力保持在0.1Mpa时,即温度为120-124℃、氧化时间达到50min时,均能达到较好的结果,空白值均在0.020左右,笔者对这一点也做了相应的证明。

4.2 添加盐酸后停放时间的影响

选择三种水样:标准样品、地表水和废水,消化后加入1+9盐酸,在220nm和275nm处使用定容无氨水进行比色,定容后选择0.5、2.0、4.0和24小时进行比色。结果表明^[9],加入盐酸后,标准样品的真实值随着停车时间的增加而逐渐增加,经24h比色后,测量值在允许范围内。对于低浓度的样品,如地表水,加入盐酸后的停留时间越长,测量值的变化越大,相对误差也越大。因此,在从低浓度样品中加入盐酸后,应尽快进行比色分析。

5 结论与建议

通过收集资料和实验证明,笔者发现在碱性过硫酸钾消解分光光度法测定总氮的实验中存在许多影响因素,这些影响因素对总氮测定的最后结果都具有较大的影响,笔者在此简单分析了一些影响因素,希望和专业人士互相学习和讨论。

[参考文献]

- [1]邵亚凤,过美蓉.测定总氮时影响空白吸光值的因素[J].环境污染与防治,2001,23(6):304.
- [2]呼德拉提·阿那斯,孙世萍,陈韩飞.测定水质总氮时影响空白吸光值的因素[J].水产学杂志,2013,(5):53-56.
- [3]孔凡彬,邓磊.用无氨水、蒸馏水和去离子水测定总氮结果比较[J].环境研究与监测,2005,18(1):40-41.
- [4]赵勇芳.地表水总氮监测中的质量控制[J].甘肃环境研究与监测,2003,16(4):359-360.
- [5]王志伟,马冬梅.影响总氮测定结果的几个因素[J].北方环境,2004,29(2):57-58.
- [6]徐晓春,黄小红,夏羽兰,等.降低总氮测定空白的方法改进[J].甘肃环境研究与监测,2003,16(1):44-44,51.
- [7]胡雪峰,沈铭能,许世远.测水体总氮应注意的一个问题[J].中国环境监测,2001,(3):41.
- [8]赵多.总氮测定中的一点体会[J].中国环境监测,2001,(3):41.
- [9]赵志梅,宋雅范,刘建国,等.影响总氮测定的几种因素[J].环境研究与监测,2006,19(1):19,21.

作者简介:

王航(1982--),男,汉族,江苏省扬州市人,本科,上海市东华大学,工程师,扬州市邗江生态环境局,研究方向:环境监测与环境管理。