

# 浅谈水质总氮碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定的影响因素

张海燕

(吉林省通化县环境监测站,吉林 通化 134100)

**摘要:**近年来,水环境污染比较严重,检测水中总氮的含量是判断水质情况的重要手段,样品中溶解态氮及悬浮物中氮的总和称之为总氮,包括亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、无机铵盐、溶解态氮及大部分有机含氮化合物中的氮。基于此,本文分析了水质总氮碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定的影响因素,供相关人员参考。

**关键词:**水质总氮测定;影响因素;注意事项

中图分类号:X832

文献标志码:A

文章编号:1672-3872(2018)23-0094-01

分析水质的污染状况需要测定其总氮含量,目前实验室主要采用碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法,在测定过程中,为了确保测定结果的准确性,一定要控制好测定过程中的每一个细节,在测定总氮含量的实验中,受很多因素的影响,测定的结果存在一定偏差,如实验仪器、试剂、消解时间等,因此,要严格的控制各项影响因素,减少结果偏差,正确的评价水质质量。

## 1 水质分析中总氮测定的影响因素分析

### 1.1 实验用水应严格控制和保证

实验用水关系到实验的结果是否正确,按照国际的标准实验用水为无氨水,无氨水制备需要在每升水中加入0.10ml浓硫酸蒸馏,收集馏出液于具塞玻璃容器中,也可使用新制备的去离子水。

### 1.2 器皿的洗涤

进行实验会用到相应的器皿,如果器皿洗涤得不干净,就会对测定的结果产生影响,因此,一定要保证器皿的干净,按照规定玻璃器皿使用前需要用1+9盐酸或1+35硫酸浸泡,然后再用自来水冲洗数次,之后用无氨水冲洗数次,洗净后立即使用。高压蒸汽灭菌器应每周清洗,保持其干净,确保对实验的结果不会产生影响。

### 1.3 实验室环境

实验室环境也非常的重要,在进行总氮分析实验时,应该严格的控制实验室的环境,必须保证实验室的环境无氨、无尘、通风良好,不能与氨氮、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、总硬度等实验项目在一个实验室同时进行,避免受到影响。另外,实验器皿、试剂应该专用,不能和其他实验混用,防止污染,影响测定的结果。

### 1.4 碱性过硫酸钾溶液的配制

碱性过硫酸钾的配制过程十分重要,掌握不好,会影响测定过程中的消解效果,对最终结果产生一定影响。在实际配制过程中,需要分别准确称取过硫酸钾和氢氧化钠,将两种药品分别配制然后混合。过硫酸钾的溶解速度非常的慢,为了加速其溶解速度,需要进行水浴加热,边加热边搅拌,同时严格控制水温不得高于60℃,如果高于60℃过硫酸钾就会分解失效。氢氧化钠溶液配制过程中需要注意的是,氢氧化钠溶于水会放热,需待氢氧化钠溶液降到室温后再与过硫酸钾水溶液混合,防止氢氧化钠放热使溶液温度过高引起局部过硫酸钾失效。配制好的溶液可保存一周,室温放置,低温放置容易引起过硫酸钾结晶,影响溶液浓度。

测定总氮的过程中,过硫酸钾和氢氧化钠是至关重要的试剂,试剂的纯度直接关系到空白值高低,试剂要选择优级纯,尽量降低试剂中的含氮量,过硫酸钾和氢氧化钠的含氮量应小于0.0005%,达到降低空白值的目的。

**作者简介:**张海燕(1972-),女,吉林通化人,研究方向:环境监测水质化验分析。

### 1.5 消解温度、压力和控制

在进行总氮测定实验中,消解的过程很重要,要严格的控制消解的温度、压力以及时间,防止对测定结果产生影响。在消解过程中高压灭菌器不能漏气,不能受到其他杂质的影响,还有要严格的控制消解温度在120~124℃之间,压力为1.1~1.4kg/cm<sup>2</sup>,消解时间为30分钟。使用高压蒸汽灭菌器时,应定期检定压力表,并检查橡胶密封圈密封情况,避免因漏气而减压。

### 1.6 测定空白值的控制

造成药剂空白高的主要原因是过硫酸钾纯度不够,如果空白高于0.030,就需要提纯过硫酸钾,提纯方法就是二次结晶过硫酸钾,提纯过程大致如下:1)制备过硫酸钾饱和溶液,这一步要注意水浴锅的温度不可超过60℃,比例大概80ml水比16g过硫酸钾,溶解形成饱和溶液过程很漫长。2)把完全溶解的饱和溶液放在室温中自然冷却,然后放在4℃冰箱中重结晶。3)重结晶结束后,倒掉上清液,然后用冰好的去离子水倒入广口瓶中清洗晶体2~4遍。4)重复以上步骤,再次进行重结晶,晶体冲洗完后倒掉上清液,然后放入烘箱烘干即得成品。结晶所得药品降低了检测成本,而且步骤简单易行。

## 2 总氮测定实验注意事项

测定水质中总氮含量的实验中,要注意很多的细节,某一个细节没有把握好就会影响测定的结果。在进行实验中,试剂的选择是关键要点,目前国产的过硫酸钾大多无法满足要求,多选用进口试剂,由于进口试剂成本过高,可以采取过硫酸钾结晶的方法制备满足要求的试剂。要注意使用的所有器皿都严格按照规定清洗,否则会产生交叉污染,影响测定结果的准确性。实验中所用到的试剂取用后,要马上盖上盖子,防止其他含氮的杂质被吸入,影响试剂的纯度。在比色时,要将分光光度计预热30分钟以上再测定。盐酸加入后要确保反应时间足够再进行比色。

## 3 结论

总氮测定实验中,要控制好每一个环节,不能忽视任何一个细节,认真地对待实验,在实验中要选择符合标准的试剂,保持器皿的干净整洁,严格按照操作规程进行每一步骤,避免操作失误对结果差生偏差,总之,总氮测定过程要严格控制好各影响因素,保证测定值的准确性,科学评价水质质量。

### 参考文献:

- [1] 王辉.水质测定总氮的分析方法中常见问题浅析[J].治淮,2009(12):52-53.
- [2] 范辉.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研究[J].广西科学院学报,2011,27(2):90-92.
- [3] 古昕聆.水质分析中测定总氮影响因素的探讨[J].水利技术监督,2007,15(2):20-22.
- [4] 周晖.关于影响总氮空白吸光值的因素探讨[J].环境研究与监测,2013,26(2):50-52+55.