

总氮测定样品消解时间的改进

程娟琴

(淳安县环境监测站, 浙江 淳安 311700)

中图分类号: O 657.12

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2001)03-0038-1A

《水和废水监测分析方法(第 3 版)》规定, 过硫酸钾氧化-紫外分光光度法(简称紫外法)测定总氮的样品, 需在压力蒸气消毒器或家用压力锅内加热, 在锅内温度达到 120 ℃时, 要保持温度 30 min。此法消解时间长, 对常规大批样品和应急快速测定带来许多不便。今对不同消解时间作了对比试验, 即取 10 mL 样品于 25 mL 比色管中, 加 5 mL 碱性过硫酸钾溶液, 使用磨口瓶塞塞紧, 并用绳子把纱布扎紧后置于家用压力锅内加热, 当温度达到 120 ℃(顶压阀吹气计时)时, 分别保持 30 min、20 min、10 min, 然后按紫外法操作并计算总氮含量, 结果见表 1。

表 1 结果表明, 3 种不同消解时间所测得结果, 标样均在给定值(2.50 ± 0.17 mg/L)范围内; 各地表水样测定值经统计检验无显著性差异。因

此, 在地表水总氮测定中, 样品在家用压力锅内消解时间可由 30 min 缩短至 10 min(顶压阀吹气计时), 方法可行, 结果可靠。

表 1 不同消解时间的总氮测定结果(n=2) mg/L

消解时间 t/min	30	20	10
总站标准样	2.58	2.53	2.60
千岛湖大坝前	0.32	0.29	0.31
千岛湖密山	0.47	0.44	0.44
千岛湖三潭岛	0.35	0.35	0.37
千岛湖水厂	0.54	0.56	0.56
千岛湖小金山	0.40	0.43	0.41

收稿日期: 2000-07-18; 修订日期: 2001-02-15

作者简介: 程娟琴(1966-), 女, 江苏启东人, 工程师, 学士, 主要从事环境监测工作, 发表论文 2 篇。

测定总硬度 EDTA 标准溶液配制的改进

吕福元

(滨州市环保局, 山东 滨州 256614)

中图分类号: O 655.25

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2001)03-0038-1B

水中总硬度测定时, 为提高指示剂铬黑 T 的灵敏性, 通常在缓冲溶液中加入 EDTA 二钠镁, 当缺少该试剂时, 可用一定量的 EDTA 二钠和硫酸镁来替代, 但是, 配制操作较繁杂。今提出在 EDTA 标准溶液标定之前, 将此两种试剂加入其中, 然后再进行标定。按此方法, 可省去反复调试操作, 亦不必在缓冲液中加入指示剂, 而影响滴定终点。

具体方法为: 称取 4.904 g(3.725+1.179)二

水合 EDTA 二钠和 0.78 g 硫酸镁(MgSO₄·7H₂O)溶于水并稀释至 1 000 mL。按常法进行标定。如此, 则缓冲溶液配制时就不再加入镁盐、指示剂。

经对地表水和质控标样准确度和精密度测试, 按此法与缓冲液中加入镁盐方法的结果一致。

收稿日期: 2000-01-24; 修订日期: 2001-01-30

作者简介: 吕福元(1947-), 男, 山东滨州人, 高级工程师, 大专。