

# 水样总氮测定空白值偏高的探讨

曹群, 孙鸿燕, 许士雄

(南昌航空大学环境与化学工程学院, 江西 南昌 330063)

**摘要:**根据《水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(GB 11894 - 89)测定地表水中的总氮时,空白试验的吸光值常偏高。经对加热消解时间、试验用水水质、试剂添加顺序、储存时间等因素进行了试验,并对操作步骤影响吸光度空白值作了探讨。

**关键词:**总氮; 空白实验; 吸光度; 过硫酸钾氧化 - 紫外分光光度法

**中图分类号:** O657. 32 **文献标识码:** C **文章编号:** 1006- 2009(2008)03 - 0060 - 02

## Discussion on the Higher Absorbance of Blank Tests in Water Total Nitrogen Determination

CAO Qun, SUN Hong-yan, XU Shi-xiong

(College of Environment and Chemical Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang, Jiangxi 330063, China)

**Abstract:** The higher absorbance of blank test was observed at the determination of total nitrogen in surface water by Water Quality-Total-nitrogen Determination- $K_2S_2O_8$  Oxidization Ultraviolet Spectrometry (China National Standard 11894 - 89). The influencing factors were tested such as time of heat digestion, quality of lab water, addition order and storage of reagents. The test steps to influence absorbance blank value was also discussed.

**Key words:** Total nitrogen; Blank test; Absorbance;  $K_2S_2O_8$  oxidization-ultraviolet spectrometry

水中总氮测定过程中,存在空白值偏高的现象<sup>[1-3]</sup>,其影响因素较多<sup>[2-3]</sup>。现根据《水质总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(GB 11894 - 89)和文献[4],从消解时间、试验用水等方面进行试验,探讨总氮测定中空白值高的影响因素,为寻求降低空白值的手段和措施提供参考。

### 1 仪器与试剂

#### 1.1 仪器

紫外分光光度计;压力蒸汽消毒器。

#### 1.2 试剂

**碱性过硫酸钾溶液:**称取 40g 过硫酸钾( $K_2S_2O_8$ ), 15 g 氢氧化钠,溶于无氨水中稀释 1 000 mL,质量浓度 40 g/L。试验用过硫酸钾规格 AR,纯度 99.5%,天津市公司合营化学试剂厂。  
**20%氢氧化钠溶液:**称取 20 g 氢氧化钠,溶于无氨水中稀释 1 000 mL,质量浓度 20 g/L。10% 盐

酸溶液。

### 2 试验

#### 2.1 试验用水的消解时间

取 3 种试验用水(无氨水、去离子水和蒸馏水)10 mL 各 5 管,分别置于 25 mL 比色管中,再各加 5 mL 碱性过硫酸钾溶液,塞紧磨口塞,用纱布细绳裹紧管塞,以防迸溅。每次 3 种试验用水各取 1 管置于高压蒸气消毒器中,放气使压力为 0 Pa,加热 30 min;加压升温至 120 ~ 124 ,分别保持 15 min、30 min、45 min、60 min、75 min 后,放气冷却,取出比色管放置至室温。各管加入 10% 盐酸溶液 1 mL,用相应试验用水稀释定容。用 10 mm 石英比色皿分别在波长 220 nm 和 275 nm

收稿日期: 2007 - 10 - 30;修订日期: 2008 - 04 - 25

作者简介:曹群(1974—),女,江西都昌人,讲师,硕士,从事环境监测和评价研究工作。

处测定其吸光值。

### 2.2 试验用水的加入顺序

取 10 mL 3 种试验用水各 5 管, 分别置于 25 mL 比色管中, 再各加 5 mL 碱性过硫酸钾溶液, 其余步骤同 2.1。另取 15 管 5 mL 碱性过硫酸钾溶液, 分别置于 25 mL 比色管中, 不加相应试验用水, 其余步骤同 2.1, 消解后每 5 支管再各分别加 3 种试验用水, 各管 10 mL, 其余步骤同 2.1。

### 2.3 试验用水的存放时间

分别取 10 mL 3 种试验用水各 5 管, 每种试验用水分别放置 1 d、2 d、3 d、4 d、5 d, 加入 5 mL 碱性过硫酸钾溶液, 其余步骤同 2.1, 但消解时间为 45 min。

## 3 结果与分析

### 3.1 消解时间

3 种试验用水的消解时间在 45 min 前, 吸光值变化较大。消解时间超过 45 min 吸光值才稳定, 并降至低水平。去离子水的吸光值 > 蒸馏水的 > 无氨水的, 所以用无氨水作为试验用水。30 min 加热时间不能使碱性过硫酸钾完全分解, 从而影响测定的准确度<sup>[5]</sup>。

### 3.2 加水顺序

无氨水加入顺序对吸光度影响见图 1, 3 种试验用水加水顺序与吸光度关系见图 2。

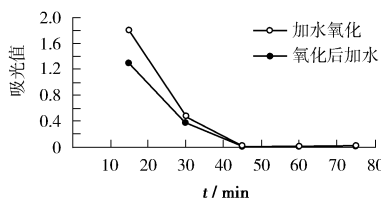


图 1 无氨水加入顺序对吸光值影响

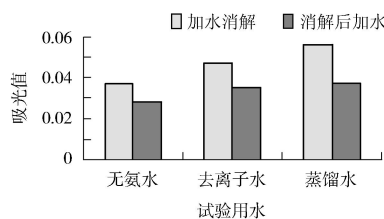


图 2 3 种试验用水加水顺序与吸光值关系

消解前加入无氨水吸光值较高, 消解后加入无氨水吸光值较低, 表明消解后加入无氨水中的 N 就不易被氧化为 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>。相同的消解时间, 3 种试验用水均存在消解后加水吸光值较低, 消解前加水的吸光值较高现象。消解前, 后加入试验用水的吸光值变化差为: 蒸馏水 > 去离子水 > 无氨水。

### 3.3 试验用水存放时间

3 种试验用水存放时间与吸光值关系见图 3。

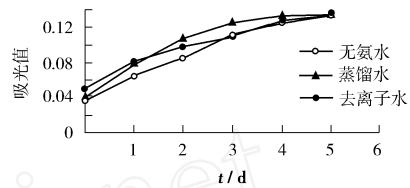


图 3 3 种试验用水存放时间与吸光值关系

由图 3 可见, 随着存放时间的增加, 吸光值均在增加。

## 4 结论

用去离子水和蒸馏水替代无氨水, 将使空白值增大, 增加试验误差。在空白试验中可以消解后再加入无氨水, 使无氨水中的 N 不会被氧化为 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, 对结果产生误差较小。水的吸光值随存放时间的延长而增大。消解中升温至 120 ~ 124 保持 45 min 以上, 碱性过硫酸钾分解完全, 吸光值才稳定, 否则影响测定的准确度。

### [参考文献]

- [1] 苏晓燕. 过硫酸钾氧化 - 紫外分光光度法测定水中总氮的几点体会 [J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12 (B12): 45.
- [2] 曹杰山, 王晓慧. 水和废水中总氮的现场快速分析方法研究 [J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12 (3): 20 - 22.
- [3] 吴志旭, 陈林茜. 水中总氮测定有关问题的探讨 [J]. 化学分析计量, 2006, 15 (1): 57 - 58.
- [4] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 256 - 259.
- [5] 俞玉忠, 倪明敏, 刘申敏, 等. 消化时间对总氮测定结果的影响 [J]. 海峡药业, 2004, 16 (3): 79 - 80.