

总氮测试中碱性过硫酸钾溶液的稳定性

张大好¹, 徐俊军²

(1. 平湖市环境监测站, 浙江 平湖 314200; 2. 桐乡市环境监测站, 浙江 桐乡 314500)

中图分类号: O652.4 文献标识码: C 文章编号: 1006-2009(2005)02-0037-01

采用 GB 11894-1989《过硫酸钾氧化-紫外分光光度法》测定地表水中总氮时,方法规定碱性过硫酸钾溶液最长可贮存 1 周,为了节约时间和试剂,现对配制的碱性过硫酸钾溶液作稳定性试验,以了解碱性过硫酸钾溶液在常温下的最长保存时间。

1 不同放置时间碱性过硫酸钾溶液绘制总氮标准曲线斜率的比较

用配制好的碱性过硫酸钾溶液每隔 3 d 绘制标准曲线 1 次,共 1 个月,观察该溶液放置若干时间后标准曲线斜率的变化,结果见表 1。

表 1 不同放置时间碱性过硫酸钾溶液绘制标准曲线		
测定日期	室温 t/	斜率
08-31	34	0.010 13
09-03	30	0.010 12
09-06	32	0.010 14
09-09	28	0.010 11
09-12	30	0.010 10
09-15	31	0.010 13
09-18	28	0.010 07
09-21	26	0.010 01
09-24	30	0.009 77
09-27	26	0.009 76
09-30	29	0.009 78

从表 1 可见,在 1 个月的时间内,不同温度条件下用该溶液绘制的总氮标准曲线的斜率基本稳定,8 月 31 日配制的溶液与存放 30 d 的溶液的相对误差 <3.5%,表明该溶液放置一个月内,其氧化能力未发生明显变化。

2 不同放置时间碱性过硫酸钾溶液含量比较

准确移取碱性过硫酸钾溶液 7.5 mL (理论含碱性过硫酸钾 0.30 g)于碘量瓶中,加水 20 mL,用 1.2 mol/L 盐酸调节至中性,加碘化钾 4 g,摇匀。在暗处放置 30 min,加 6 mol/L 乙酸溶液 2 mL,用 0.1 mol/L (c)硫代硫酸钠标准溶液滴定,近终点时,加 10 g/L 淀粉指示液 2 mL,继续滴定至溶液蓝色消失 (V₁),同时作空白试验,空白滴定体积平均为 0.02 mL (V₂)。过硫酸钾实测量 $X = (V_1 - V_2) \times c \times 135.2 / 1\,000$,结果见表 2。

表 2 不同放置时间碱性过硫酸钾溶液中过硫酸钾含量					
时 间 t/d	5	10	15	20	30
测定量 m/g	0.298	0.293	0.289	0.278	0.270

从表 2 可见,碱性过硫酸钾溶液放置 30 d 后,其中的过硫酸钾含量仍保存了初配时的 90%。

3 准确度试验

用放置了 1 个月的碱性过硫酸钾溶液测定中国环境监测总站总氮标准样品 (6.74 mg/L ± 0.45 mg/L),8 次平行样测定均值为 6.68 mg/L,在总氮标准样品保证值范围内,相对标准偏差 <4.2%。结果表明,配制的碱性过硫酸钾溶液放置 1 个月时间,若不出现结晶,其氧化能力基本稳定,用其进行样品分析,省时省力,还可节约试剂。

收稿日期: 2004-04-16; 修订日期: 2004-12-23
作者简介: 张大好 (1975—), 女, 浙江平湖人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

· 简讯 · 日本环境 (化学) 专家至无锡市环境监测中心站进行技术交流

2005 年 2 月 21 日—2 月 23 日,日本石川县环保技术专家石田喜朗至无锡市环境监测中心站进行业务交流并举办技术讲座。此次讲座专门介绍了固体有害化学物质的正确管理法及解决有害化学物质的状况、前处理法、机器调整法及精度管理等内容,对实践工作具有指导意义。

摘自江苏省环境监测中心《环境监测工作通讯》2005 年第 2 期