影响水质中总氮测定值的因素

赵敏敏

江苏省环境监测中心 江苏，南京 210000

摘要：目前测定水质中总氮的分析方法较多，碱性过硫酸钾消解分光光度法是较为常用的一种分析方法，本文针对实际分析过程中出现的问题进行简要阐述，以此来增加实验结果的准确性，使实验数据更具参考性。

关键词：总氮 数据 准确性 影响因素

总氮是衡量和评价水体富营养化的重要指标，是地表水和废水中测定的常规指标。近年来，随着大量农田废水、工业含氮废水等流入水体，使水体中有机氮和无机氮含量增加，导致水质富营养化日益严重，严重影响人类的正常生活。因此，准确测定总氮的浓度具有及其重要的意义[1]。

目前，测定水中总氮的方法主要有连续流动分光光度法、碱性过硫酸钾消解分光光度法、气相分子吸收光谱法等。

实际分析工作中，连续流动法对水样的洁净程度、试剂的纯度要求高；水样浑浊时，需要进行离心或过滤前处理后再取适当样品进行分析；气相分子吸收光谱法在实验室中还没有普遍应用于监测工作中。

目前实验室分析中，通常还是使用碱性过硫酸钾消解分光光度法，此方法前处理采用高压灭菌锅进行消解，无需特殊的仪器设备，准确度高，多年前使用普通的高压灭菌器进行加热消解时，操作比较繁琐，容易导致漏气现象，现使用进口高压灭菌器完全解决了此问题。

为了保证环境监测数据的准确性、完整性和合理性，结合多年的实验室工作经验，总结出以下几点：

1、样品采集工作的规范性是保证监测数据准确性的前提

样品采集是保证整个实验数据具有代表性的一个重要环节，现场样品的采集、保存、运输等工作，相对于实验室分析工作而言，产生的误差具有一定的不可操作性。

1.1首先采样时应保证采样点的准确位置，事先准备好相应的容器，总氮样品的采集可选用聚乙烯瓶或者硬质玻璃瓶，采样时需要尽可能的避免水体中漂浮物，杂质、不可搅动水底沉淀物等，采集样品前，用待采集的样品荡洗采样器和样品容器2～3次[2]。

由于各种水样的复杂性，从采样到分析，水样会由于物理、化学、生物的作用发生不同程度的变化，为了最小程度的降低这些变化，采完样品后，都需要加固定剂进行样品的保存[3]。而总氮样品的采集用硫酸作为固定剂进行样品酸化，将样品的pH值固定在1～2之间。

采集完成后，及时对相应的样品做好标识。每批水样，需要采集现场空白样品，一起送至实验室分析。

1.2运输时需要专人负责，同一采样点的样品尽量放在一起，保证样品的有效期，保存条件，注意防止样品瓶破损。

2、样品的预处理工作

如果采用不同沉降方式，沉降时间后进行取样分析，结果都会有较大的影响。自然沉降时间延长，总氮含量将降低，沉降时间是影响总氮测定的一个因素。实验室分析需要按照地表水环境质量标准要求，将样品摇匀后沉降半小时[4]，取上清液分析，沉降方式和沉降时间需统一规范。

在取样前需要用氢氧化钠溶液调节水样的pH值至5至9之间，再进行取样分析。需要注意部分样品静置半小时后，沉降效果不明显，浊度仍然存在，样品消解氧化完成后，比色管中仍会存在絮状沉淀物，当加入1+9的盐酸摇匀后，部分样品能够中和沉淀完全，对于仍然存在沉淀物不能进行比色的样品，可采取消解后离心[5]或采用0.45μm的针式过滤器来消除沉淀的干扰，提高数据的准确度[6]。

3、实验用水的影响

实验用水需要放在无氨实验室内，不能暴露在空气中，须贮存于聚四氟乙烯容器中，放置时间不能过长，以免空气中氨及杂质影响实验用水水质，而导致空白值偏高。为避免实验误差，整个实验过程最好用同一批次的蒸馏水。采用新鲜蒸馏水，是做好实验的前提保证[7]。

4、比色管的选择和清洗

比色管的选择非常重要，使用碱性过硫酸钾对水样中的各种氮化合物进行氧化时，氢氧化钠会中和氧化过程中释放的氢离子，来分解过量的过硫酸钾。氢氧化钠不但能够中和氢离子，在消解过程中，也会和玻璃材质的比色管中二氧化硅反应生成硅酸钠，使硅酸钠粘住瓶口，导致瓶塞严重的腐蚀，无法打开进行试验。比色管的质量需要严格把关，选择高密封性的比色管，保证样品测定结果的准确度，为开展实验提供必要的条件[8]。

比色管的清洗尤其重要，长期不用的比色管，管壁上的含氮化合物不容易清洗完全，实验过程中会混入样品中，导致样品偏高的现象非常普遍。因此，在准备实验前，用10%的盐酸浸泡比色管后再洗净后使用；也可在使用前将比色管按照分析样品的步骤，用过硫酸钾进行重新消解可使吸光度降低，去除管壁上的氮化合物。

5、试剂的选择

根据碱性过硫酸钾消解分光光度法国标要求，空白试验的校正吸光度应小于0.030，过硫酸钾和氢氧化钠含氮量均需小于0.0005%[9]，由于生产过硫酸钾和氢氧化钠试剂的厂家存在较大差异，部分厂家生产的试剂无法达到此要求。分析样品前，应先检验含氮量，满足要求后才能进行试验。

过硫酸钾是控制空白吸光度能否达标的关键，且在样品消解过程中，如高压灭菌器的温度、压力等，特别容易导致空白偏高，需要严格控制好消解条件。选择纯度高的、最好进口的过硫酸钾，能够很好的控制空白吸光度。另外，配置好的碱性过硫酸钾不宜存放太久，一般保存一个星期为宜。

6、消解设备和消解温度和时间的影响

为了使过硫酸钾完全分解，空白吸光度符合要求，根据国标规定，高压蒸汽灭菌器的工作压力不低于1.1～1.4kg/cm2,工作温度需要在120～124℃[4]，达到上述压力和温度范围，保持消解样品30分钟。为保证监测数据准确性，需要对高压蒸汽灭菌器进行计量检定，应由计量单位进行相关指标的检测，出具相应的检定证书才可使用，灭菌仓内需要做到定期清理，保证无氮污染。

7、实验仪器和比色皿的影响

样品消解完成后，应遵循自然冷却的过程，将样品放置室温后，加入1+9盐酸后定容至25毫升刻度，将样品摇匀，进行吸光度测定。选择石英比色皿需要做到：使用同一组比色皿，不能跟其他比色皿混淆；总氮专用，不能跟其他分析指标混用。比色前需要校正两个比色皿之间的误差≤0.005才可以使用。先测定220波长的吸光值，全部样品测完后再进行275波长吸光值的测定，最好使用双波长紫外可见分光光度计进行测定，同时测定两个不同波长下的吸光度，减少测量误差。

8、实验环境的影响

分析总氮的实验室需要做到洁净，在无氨环境中进行试验，避免与其它含氮化合物在同一实验室分析，否则容易导致样品含量偏高。

结论

碱性过硫酸钾消解分光光度法分析总氮样品，为保证总氮分析数据的真实性和准确性，除了做好采样的前期工作，还需要对实验用水、比色管的清洗，试剂的选择、消解设备和分析仪器各方面进行严格控制。做到空白符合相关要求，最根本的原因还是过硫酸钾的纯度不够导致的影响。注意好上述这些细节，对试验结果的准确性会有一定的提高。

参考文献：

[1]林旭芳，徐彬，水中总氮快速测定实验方法研究[J] 环境监控与预警，2012，4（6）

[2]地下水环境监测技术规范 HJ/T 164-2004

[3]水质 样品的保存和管理技术规定 HJ 493-2009

[4]国家环境保护总局 GB 3838-2002 地表水环境质量标准[s]北京；中国环境科学出版社，2002

[5]李芬芳，欧伏平，连华 泥沙对总氮测定结果的干扰影响分析 中国环境管理干部学院学报 2015.2

[6] 纪昳，严瑾，孙娟，邱展辰 含泥沙的地表水总氮测定准确度的提高方法 环境监控与预警 2016.2 第1期

[7]程娟琴 用新鲜蒸馏水代替无氨水测定总氮的可行性[J]黑龙江环境通报，1999（02）：79-82

[8]马祥羽 比色管密封性对水质总氮测定的影响[J].环境科学导刊，2018，37（S1）：152-154

[9]水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法 HJ 636-2012