

TN 中文名称：总氮分析

- 1 定义/概念
- 2 意义
- 3 测定原理/方法
- 4 测定仪器介绍

一： 定义/概念

总氮包括溶液中所有含氮化合物，即亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、无机盐氮、溶解态氮及大部分有机含氮化合物中的氮的总和。

二： 意义

总氮中对人体危害最大的是亚硝酸盐氮，当水中的亚硝酸盐氮过高，饮用此水将和蛋白质结合形成亚硝胺，是一种强致癌物质，长期饮用对身体极为不利。而且氨氮在厌氧条件下，也会转化为亚硝酸盐氮；饮用水中硝酸盐氮在人体内经硝酸还原菌作用后被还原为亚硝酸盐氮，毒性将扩大为硝酸盐毒性的 11 倍，主要影响血红蛋白携带氧的能力，使人体出现窒息现象。

总氮是反映水体富营养化的主要指标。太湖水污染事件的发生，让监管部门重新认识到了总氮的危害性。掌握总氮排放量、分布状况以及主要来源，对控制水体富营养化、改善水质具有十分重要的意义。

三： 测定原理/方法

水质总氮的测定

——碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法

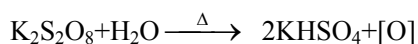
1 目的

- 1.1 了解碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的原理
- 1.2 掌握水样消解的方法
- 1.3 了解总氮的来源
- 1.4 掌握紫外光度计的使用
- 1.5 掌握工作曲线的制作方法，区别工作曲线与标准曲线。

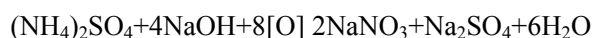
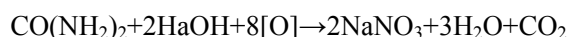
2 测定原理

本方法适用于地面水，地下水含亚硝酸盐氮、硝酸盐氮无机铵盐、溶解态氮及在消解条件下碱性溶液中可水解的有机氮的总和。水体总氮含量是衡量水质的重要指标之一。

过硫酸钾是强氧化剂，在 60℃ 以上水溶液中可进行如下分解产生原子态氧：



分解出的原子态氧在 120—140℃ 高压水蒸气条件下可将大部分有机氮化合物及氨氮、亚硝酸盐氮氧化成硝酸盐。以 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 代表可溶有机氮化合物，各形态氮氧化示意式如下：



硝酸根离子在紫外线波长 220nm 有特征性的量大吸收，而在 275nm 波长则基本没有吸收值。因此，可分别于 220 和 275nm 处测出吸光度。 A_{220} 及 A_{275} 按下式求出校正吸光度 A：

$$A = A_{220} - 2A_{275} \quad (1)$$

按 A 的值扣除空白后用校准曲线计算总氮（以 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 计）含量。

3 试剂

3.1 无氮化合物的纯水

3.2 氢氧化钠溶液 20.0g/L：

称取 2.0 氢氧化钠（NaOH A.R），溶于纯水中，稀释至 100ml。

3.3 碱性过硫酸钾溶液

称取 40g 过硫酸钾（ $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ A.R），另称取 15g 氢氧化钠（NaOH A.R）溶于纯水中并稀释至 1000ml，溶液贮存于聚乙烯瓶中最长可保存一周。

3.4 盐酸溶液（1+9）

量取 1 份 HCl（A.R）与 9 份水混合均匀。

3.5 硝酸钾标准溶液(以 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 计)，100mg/L：

硝酸钾（ KNO_3 ，A.R）在 105—110℃ 烘箱中烘干 3h，于干燥器中冷却后，称取 0.7218g 溶于纯水中，移至 1000ml 容量瓶中，用纯水稀释至标线在 0~10℃ 保存。可稳定六个月。

3.6 硝酸钾标准使用溶液(以 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 计)，10.0mg/L

用硝酸钾标准溶液（3.5）稀释 10 倍而得，使用时配制。

3.7 硫酸溶液（ H_2SO_4 ，A.R） $\rho = 1.84$

3.8 硫酸，（1+35）

1 体积硫酸（3.7）与 35 体积水混合均匀。

4 仪器和设备

4.1 紫外分光光度计及 10mm 石英比色皿。

4.2 医用手提式蒸气灭菌器或家用压力锅（压力为 1.1—1.4kg/cm²），锅内温度相当于 120—140℃。

4.3 具玻璃磨口塞比色管，25ml。

4.4 纱布和棉线。

5 样品

5.1 采样

在水样采集后立即放入冰箱中或低于 4℃ 下保存，但不得超过 24 小时。水样放置时间较长时，可在 1000ml 水中加入约 0.5ml 硫酸 ($\rho=1.84\text{g/ml}$)，酸化到 $\text{PH}=2$ ，并尽快测定。

5.2 试样的制备

取样品 (5.1) 用氢氧化钠溶液 (3.2) 或硫酸溶液 (3.8) 调节至 $\text{pH}5-9$ 。

如果试样不含悬浮物按 (6.1.2) 步骤测定，试样含有悬浮物则按 (6.1.3) 步骤测定。

6 分析步骤

6.1 测定

6.1.1 用吸管取 10.00ml 试样 (氮含量超过 $100\mu\text{g}$ 时可减少取样量并加入纯水至 10ml) 于干比色管中。

6.1.2 试样不含悬浮物时，按下列步骤进行。

a 加入 5ml 碱性过硫酸钾溶液 (3.3)，上塞并用纱布和线包扎紧，以防弹出。

b 将盛有试样的比色管置于医用高压蒸汽灭菌器中，加热，使压力表指针到 $1.1-1.4\text{kg/cm}^2$ ，此时温度达 $120-140^\circ\text{C}$ 后开始计时，或将比色管置于家用高压锅中，加热至顶压阀吹气时计时，保持半个小时。

c 冷却至室温，取出比色管。

d 加盐酸 (3.4) 1ml，用纯水稀释至标线，混匀。

e 移取部分溶液至石英比色管中，在紫外分光光度计上，以纯水作参比，分别在波长为 220 和 275nm 处测定吸收度，并用 (1) 式计算出校正吸收度 A。

6.1.3 试样含悬浮物时，先按上述 6.1.2 中 a 至 d 步骤进行。然后待澄清后，移取上述清液同 6.1.2.e 步骤测定。

6.2 空白试验

空白试验除以 10ml 纯水代替样品外，采用与 6.1.2 完全一致的步骤进行。空白试验的 A 值不超过 0.03。

6.3 校准

6.3.1 工作曲线校准系列的配制

a 用分度吸管向一组比色管分别加入硝酸盐标准溶液 (3.6) 0.0、0.50、1.00、2.50、5.00、7.50、10.00ml，加纯水稀释至 10.00ml。

b 按 6.1.2a 至 e 步骤进行测定。

6.4 工作曲线的制作

标准溶液及空白溶液在 220nm 和 275nm 处测得的吸收值按下列公式计算

$$A_S = A_{S220} - 2A_{S275} \quad (2)$$

$$A_b = A_{b220} - 2A_{b275} \quad (3)$$

式中： A_{S220} ——标准溶液在 220nm 波长的吸收光度。

A_{S275} ——标准溶液在 275nm 波长的吸收光度。

A_{b220} ——空白（零浓度）溶液在 220nm 波长的吸收光度。

A_{b275} ——空白（零浓度）溶液在 275nm 波长的吸收光度

校正吸光度 A_r

$$A_r = A_S - A_b \quad (4)$$

按 A_r 值与相应的 $\text{NO}_3\text{-N}$ 含量 (μg) 用电脑或用具统计功能的计数器进行线性回归统计计算获取工作曲线¹。

7 结果的表示

按式 (1) 计算得试样吸光度并扣除空白 A_b 获校正 A_r 吸光度，用校准曲线算出相应的总氮 m (μg) 数，试样总氮含量按下式计：

$$\text{总氮 (mg/L)} = m/V \quad (5)$$

式中： m ——试样测出含氮量， μg ；

V ——测定用试样体积，ml。

8 注意问题

(1) 溶解性有机物对紫外光有较强的吸收，虽使用了双波长测定扣除法以校正，但不同样品其干扰强度和特性不同，“ $2A_{275}$ ”校正值仅是经验性的，有机物中氮未能完全转化为 $\text{NO}_3^- \text{—N}$ 对测定结果有影响也使“ $2A_{275}$ ”值带有不确定性。样品消化完全者， A_{275} 值接近于空白值。

(2) 溶液中许多阳离子和阴离子对紫外光都有一定的吸收，其中碘离子相对总氮含量的 2.2 倍以上，溴离子相对于总氮含量的 3.4 倍以上有干扰。

(3) 样品在于处理时要防止空气中可溶性含氮化合物的污染，检测室应避开氨或硝酸等挥发性化合物。

4 测定仪器介绍

2 部分组成，消解装置，闭塞测定装置。