

水中总氮快速测定实验方法研究

林旭芳¹, 徐彬²

(1. 宁波市城市排水有限公司, 浙江 宁波 315192; 2. 南京市建邺区环境保护局, 江苏 南京 210017)

摘 要: 针对现行总氮标准测定方法存在的操作繁琐、耗时长等缺点, 采用 COD 消解加热器消解代替原标准方法中的高温高压消解步骤, 以简化实验步骤、缩短用时, 建立快速测定水中总氮的分析方法。通过对本方法进行平行实验、加标回收实验以及与方法对比实验等分析实验结果, 方法的线性范围为 0~4.00 mg/L, 平均加标回收率是 102.3%, 标样平行实验的相对标准偏差是 1.05%, 准确度、精确度和回收率均达到标准要求, 方法具有一定的推广价值。

关键词: 总氮; 快速测定; COD 消解加热器

中图分类号: X832

文献标识码: B

文章编号: 1674-6732(2012)-06-0027-02

Study on Rapid Determination Method of Total Nitrogen in Water

LIN Xu-fang¹, XU Bin²

(1. Ningbo Municipal Sewerage Co., Ltd, Ningbo, Zhejiang 315192, China; 2. Jianye District Environmental Protection Bureau, Nanjing, Jiangsu 210017, China)

ABSTRACT: A rapid determination method of total nitrogen using a COD digestion heater was introduced. The method overcame the shortcomings of the standard method which were complicated and time-consuming. The parallel test, recovery test and the comparing test with standard method were tried. The linear range of the method was 0~4.00 mg/L. The average recoveries were 102.3%. Parallel experimental relative standard deviation was 1.05%. This method was novel, simple and precise. This method has no significant difference in accuracy, precision and recovery compared to the standard method and possessed of popularization and application value.

KEY WORDS: total nitrogen; the rapid determination; COD digestion heater

0 引言

当水中总氮含量增加时, 会促使生物大量繁殖, 消耗水中的溶解氧, 导致水质恶化, 因此, 总氮通常被作为评价水质的重要指标之一^[1]。而测定总氮的标准方法 GB 11894—1989 中对水样的处理采用高温高压的消解过程, 存在操作繁琐、耗时长、单批样品处理量有限等问题, 难以适应大规模应急监测的需要^[2]。对标准方法中的水样预处理过程进行了改进, 采用 COD 消解加热器消解代替原方法中的高温高压消解过程, 取得了良好效果。

1 实验部分

1.1 实验仪器和试剂

实验仪器: DR 5000 分光光度计(美国哈希公司), DRB 200COD 加热消解器(美国 HACH 公司), COD 消解管(16 mm × 100 mm)。

主要试剂: 无氨水、(1+9) 盐酸溶液、碱性过硫酸钾溶液、硝酸钾标准贮备液和硝酸钾标准使用液(以上溶液配制均同国标方法^[3])。

1.2 实验步骤

1.2.1 校准曲线的绘制

分别吸取 0~20.00 mL 硝酸钾标准使用液(10 mg/L)于 50 mL 容量瓶中, 用无氨水定容至 50 mL, 配成一系列浓度为 0~4.00 mg/L 的标准溶液, 分别量取 5 mL, 加入 COD 消解管中, 再加入 1 mL 碱性过硫酸钾溶液后加盖拧紧, 在 150℃ 条件下用 COD 消解仪加热 20 min。取出冷却至室温后, 再加入 0.2 mL (1+9) 盐酸溶液, 混匀后, 用 1 cm 石英比色皿分别在 220 nm、275 nm 处测定吸光度, 绘制工作曲线。

收稿日期: 2011-07-28; 修订日期: 2011-10-09

作者简介: 林旭芳(1969—), 女, 工程师, 本科, 从事实验室质量管理。

1.2.2 水样的测定

按 1.2.1 的实验步骤操作,并从校准曲线中查得对应的总氮含量。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线

校准曲线的测定结果见表 1。

表 1 校准曲线测定结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8
标准使用液加入量/mL	0.00	1.00	2.00	4.00	6.00	10.00	14.00	20.00
标准溶液浓度/(mg·L ⁻¹)	0.00	0.20	0.40	0.80	1.20	2.00	2.80	4.00
响应值(A)	0.00	0.053	0.091	0.181	0.256	0.431	0.595	0.837
回归方程	$C = 2.358A + 0.004$							
相关系数	$r^2 = 0.9997$							

从表 1 中回归方程的相关系数可知,溶液浓度在 0~4.00 mg/L 的范围内和吸光度响应值相关性良好,满足要求。

2.2 精密度和准确度实验

选用有证的总氮标准样品(国家环境保护部标准样品研究所,编号:203216;浓度保证值:1.97±0.14 mg/L)按 1.2.2 中的测定方法进行 5 次平行实验,结果见表 2。

表 2 总氮标准样品测定结果 mg·L⁻¹

平行测定次数	1	2	3	4	5
测定结果	2.02	2.00	1.98	1.99	2.03
平均值	2.00				

5 次测定数据的标准偏差(SD)为 0.02 mg/L,相对标准偏差(RSD)为 1.05%,小于 5%,测定结果与标准样品浓度比较也都符合检测要求。

加标回收实验:自宁波市管网内工业废水中取一份水样(水样 A)进行加标回收实验。实验结果如表 3。

样品 A 两次测定的总氮含量分别 14.60 mg/L 和 14.20 mg/L,进行加标回收实验,回收率分别为 99.7%,109.1%,水质监测实验室质量控制指标允许回收率为 90%~110%。测试结果的准确度和精密度均可以达到检测要求。

表 3 样品 A 加标回收实验结果

样品浓度及体积	样品 A		平均值
试样浓度 C_1 /(mg·L ⁻¹)	14.60	14.20	14.40
试样体积 V_1 /mL	100.00	100.00	100.00
加标液浓度 C_2 /(mg·L ⁻¹)	100.00	100.00	100.00
加标体积 V_2 /mL	1.00	1.00	1.00
加标试样浓度 C_3 /(mg·L ⁻¹)	15.40	15.14	15.27
加标回收率/%	95.4	109.1	102.3

注:回收率公式 $[C_3 \times (V_2 + V_1) - C_1 \times V_1] / (C_2 \times V_2) \times 100\%$ 。

2.3 与标准方法的对比实验

分别选取 4 种水样:1[#]宁波市海曙区环城河水,2[#]南区污水厂处理出水,3[#]宁波市管网内工业废水,4[#]宁波市管网内生活污水,与国标方法进行对比实验,结果如表 4。

表 4 方法对比实验结果

样品	检测方法测定结果/(mg·L ⁻¹)		相对偏差/%
	国标 GB 11894—89	COD 消解加热器消解法	
1	9.33	8.79	2.98
2	12.90	12.70	0.78
3	27.30	27.90	1.09
4	17.30	16.70	1.77

通过对各类水质检测,结果显示这两种方法的检测结果相对偏差都不大,采用 COD 消解加热器消解与标准高温高压消解无显著差异。

3 结论

采用 COD 消解加热器消解代替标准方法中的高温高压消解,将总氮测定标准方法中的消解步骤从 30 min 高压高温消解时间改为 20 min(150℃)COD 消解加热仪消解。经实验证明,该方法具备较好的精密度和准确度,且更加简捷,分析时间更为缩短,适合大量及现场水质监测的需要。

[参考文献]

[1] 国家环境保护总局. 水与废水监测分析方法[M]. 第四版, 北京, 中国环境科学出版社, 2002. 12:255-257.
[2] 张丰如, 何江. 微波消解-紫外分光光度法测定水中总氮[J]. 分析测试学报. 2006, 25(3):112-114
[3] GB 11894—89. 水质总氮的测定. 碱性过硫酸钾-紫外分光光度法[S].