

烘箱法测定水中总氮的探讨

孙悦嘉*

(苏州昆环检测技术有限公司, 江苏 昆山 215300)

摘要:对水中总氮测定的前处理消解方法进行了改进,用烘箱法消解代替高温蒸汽消解;对两种前处理方法分析结果的线性关系、准确度、精密度、加标回收率、检出限等进行了验证和对比。结果表明,烘箱法前处理的分析结果满足测试要求。

关键词:总氮;前处理;烘箱法;准确度;精密度;检出限

中图分类号:X824

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2022)S2-0424-03

DOI:10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2022.S2.087

Determination of total nitrogen in water by oven method

SUN Yue-jia*

(Suzhou Kunhuan Detection Technology Co., Ltd., Kunshan 215300, China)

Abstract:The pretreatment digestion method for the determination of total nitrogen in water is renovated, and the oven digestion method is instead of the high temperature steam digestion method. The linear relationship, accuracy, precision, spike recovery rate, detection limit, etc. of the analysis results by two pretreatment methods are verified and compared. The results show that the oven digestion method can meet the requirements in quality.

Key words:total nitrogen; pretreatment; accuracy; precision; detection limit

水中总氮测定目前使用的标准方法是碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法^[1-2],这个方法前处理消解部分采用的是高压蒸汽消解,存在稳定性差、温度难以控制、压力锅泄压时容易造成比色管中的液体因暴沸溢出等问题,耗时耗力,存在安全隐患,需要检测人员时刻在旁观察压力状况。烘箱高温消解因具有温度基本恒定、稳定性较好、液体不易溢出等优点而成为近年来的研究热点^[3],但诸多文献对烘箱高温消解法的结论并不统一,因此,需要对烘箱高温消解条件及适应性做证实性实验研究。

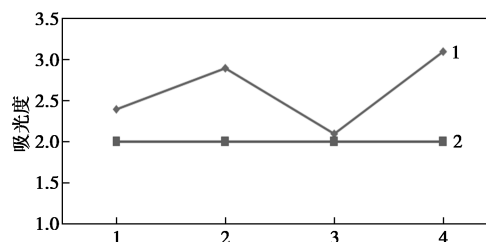
1 方法改进与条件确定

1.1 实验方法的改进

标准法中的高压蒸汽消解法是将比色管放于大烧杯中,并用纱布捆绑瓶塞,避免塞子松动或被弹出,然后放入手提式不锈钢蒸汽消毒器中加热。烘箱消解法为:将比色管放于大烧杯中,比色管需贴杯壁宽松摆放,并用纱布捆绑瓶塞,避免塞子松动或被弹出,然后放入电热恒温鼓风干燥箱中,在设定温度下加热。

在实验中发现,烘箱消解法中比色管的摆放密度会影响消解效果。紧凑放置时,同一样品的吸光度值存在较大差异;宽松放置时,同一样品的吸光度值基本恒定,详见图 1。因此,采用烘箱法消解时,

比色管需宽松贴烧杯壁摆放,使得比色管受热均匀,样品充分消解。



1—紧凑摆放;2—宽松摆放

图 1 烘箱法 120℃、30 min 条件下两种比色管摆放方式的吸光度值对比

1.2 消解时间的确定

取 7 个水样,每个水样分别取 4 个 10 mL 置于比色管中,烘箱消解温度设定为 120℃,将样品分别消解不同时间并测其吸光度,结果见表 1 和图 2。

表 1 消解时间对吸光度的影响

消解时间/min	1	2	3	4	平均值
20	1.184	1.188	1.186	1.182	1.185
30	1.169	1.162	1.165	1.163	1.165
40	1.140	1.138	1.145	1.143	1.142
50	1.118	1.124	1.127	1.123	1.123
60	1.088	1.090	1.094	1.092	1.091
70	1.095	1.091	1.090	1.089	1.091
80	1.090	1.090	1.094	1.091	1.091

收稿日期:2022-06-09;修回日期:2022-06-24

作者简介:孙悦嘉(1986-),男,本科,工程师,研究方向为环境监测,通讯联系人,sunyejia0516@163.com。

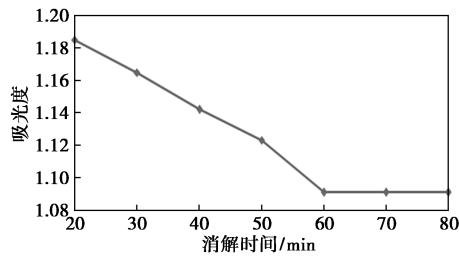


图 2 不同消解时间后的吸光度变化

由图 2 可以看出,随着消解时间的增加,吸光度逐渐减低,直到 60 min 时趋于稳定。这是因为随着消解时间的延长,碱性过硫酸钾不断分解,使吸光度逐渐降低。当消解到 60 min 时,碱性过硫酸钾已完全分解,吸光度趋于稳定。而标准方法规定消解时间是 30 min,不能使碱性过硫酸钾完全分解,影响测定结果。经实验确定,最佳消解时间应为 60 min。

1.3 消解温度的确定

取 7 个水样,每个水样分别取 4 个 10 mL 置于比色管中,设定消解时间为 60 min,分别在不同温度下消解样品并测其吸光度,结果见表 2 和图 3。

表 2 不同消解温度对吸光度的影响

消解温度/℃	1	2	3	4	平均值
100	2.048	2.051	2.049	2.052	2.050
110	1.944	1.943	1.948	1.946	1.945
120	1.970	1.969	1.973	1.971	1.971
125	1.033	1.032	1.033	1.034	1.033
130	0.995	0.992	0.993	0.993	0.993
135	0.927	0.930	0.932	0.929	0.930
140	0.936	0.941	0.939	0.942	0.940

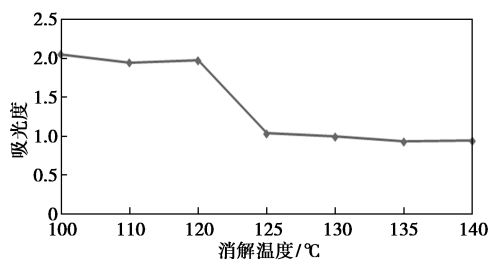


图 3 不同消解温度对吸光度的影响

由图 3 可以看出,消解温度介于 130~140℃ 时所测的吸光度较稳定,本着节约能源又保证实验效果的原则,确定消解温度为 135℃。

2 适应性实验与分析

2.1 线性关系

分别用标准法和烘箱法制作两条标准曲线,实

验结果见表 3。

表 3 标准法和烘箱法标准曲线实验结果

标准法	标准溶液加入 体积/mL	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	7.00
	标准物加入量/ μg	0.00	5.00	10.00	30.00	50.00	70.00
	吸光度						
	220 nm	0.030	0.076	0.126	0.338	0.507	0.726
	275 nm	0.004	0.003	0.007	0.003	0.002	0.003
	减空白后吸光度	0.000	0.048	0.090	0.310	0.481	0.698
	回归方程	$y=0.00990x-0.002$					
	相关系数	$R=0.9992$					
烘箱法	标准溶液加入 体积/mL	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00	7.00
	标准物加入量/ μg	0.00	5.00	10.00	30.00	50.00	70.00
	吸光度						
	220 nm	0.052	0.103	0.166	0.376	0.578	0.774
	275 nm	0.011	0.010	0.015	0.016	0.012	0.010
	减空白后吸光度	0.000	0.053	0.106	0.314	0.524	0.724
	回归方程	$y=0.0104x+0.002$					
	相关系数	$R=0.9999$					

线性测定结果表明,烘箱法相关系数 0.999 9 大于标准方法的 0.999 2,说明烘箱法的线性明显优于标准法;烘箱法斜率略大于标准法,说明烘箱法测定的灵敏度略优于标准法。

2.2 准确度和精密度实验

为了验证烘箱法的准确度,采用中国环境保护总局标准样品研究所的标样 203237 [标准浓度 (4.01±0.25) mg/L] 进行测定,结果见表 4。

表 4 标准样品测定结果比较

序号	烘箱法测量值/(mg·L ⁻¹)	标准法测量值/(mg·L ⁻¹)
1	3.99	4.23
2	3.82	3.90
3	4.08	3.92
4	4.24	4.25
5	4.16	4.20
6	4.06	4.03
平均值	4.06	4.09
s	0.145	0.159
RSD/%	3.6	3.9

由表 4 可知,烘箱法和标准法测定标样结果均与真值吻合,满足不确定度要求,说明烘箱法适合水中总氮的测定。两种方法测得的结果准确度和精密度均令人满意,而且烘箱法测得的结果精密度和准确度略高于标准方法。

2.3 加标回收率实验

为了考查烘箱法对不同样品测定的适应性,分别用烘箱法和标准法对 4 个地表水水样和 1 个地下水水样进行了加标回收率实验比较,结果见表 5。由表 5 可知,标准法回收率范围在 83%~109%,烘箱法回收率范围在 85%~100%,均满足环境监测质量的要求,而且从结果看,烘箱法准确度略优于标准法。

表 5 烘箱法与标准法的加标回收率比较

水样 编号	标准法				烘箱法			
	加标 量/ μg	样品测 定值/ μg	加标测 定值/ μg	回收 率/%	加标 量/ μg	样品测 定值/ μg	加标测 定值/ μg	回收 率/%
1	10	12.20	23.10	109	10	11.30	19.9	86
2	10	17.30	26.30	90	10	16.40	26.4	100
3	10	16.10	26.20	101	10	15.20	23.7	85
4	10	22.00	30.30	83	10	20.60	29.5	89
5	10	0.71	9.39	87	10	0.69	9.9	92

2.4 空白实验及检测限

空白实验不加试样,采用与测定方法完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行操作。连续进行 7 次空白实验,将各测定结果转换为样品中的浓度或含量,计算 7 次平行测定的标准偏差和方法检出限,测定结果见表 6。

由表 6 可知,烘箱法的标准偏差略小于标准法,烘箱法的检出限低于标准法。

表 6 空白值测定结果

次数	吸光度	
	烘箱法	标准法
1	0.031	0.032
2	0.038	0.034
3	0.035	0.024
4	0.028	0.032
5	0.029	0.020
6	0.033	0.033
7	0.026	0.031
平均值	0.031	0.029
标准偏差	0.00420	0.00529
方法检出限	0.01	0.02

3 结论

(1)烘箱法放置比色管时,需贴壁宽松摆放,使得比色管中的液体受热均匀,能够充分消解。

(2)由于受到烘箱性能条件限制,烘箱法消解温度设定为 135℃、加热时间为 60 min,而标准方法消解温度为 120~124℃、加热时间为 30 min。由此可见,烘箱法需要在提高消解效率方面进一步改进,如采用微波消解法或采用其他消解剂等。

(3)与标准法相比,烘箱法准确度和精密度略优,检出限略低但无显著性差异。标样适用性实验证明烘箱法适合水中总氮的测定,满足环境监测质量要求。

参考文献

- [1] 环境保护部.HJ 636—2012《水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解 紫外分光光度法》[S].北京:中国环境科学出版社,2012.
- [2] 国家环境保护总局.水和废水监测分析方法(第四版增补版)[M].北京:中国环境科学出版社,2002.
- [3] 郭姿珠,邓飞跃,雍伏曾.水中总氮测定方法的改进[J].中国给水排水,2007,(22):82-84.■

巴斯夫将在湛江一体化基地建设新戊二醇装置

巴斯夫计划在湛江一体化基地投资新建一座世界级规模的新戊二醇(NPG)装置,年产量达 8 万 t。新装置预计于 2025 年第四季度投产,届时,巴斯夫的全球 NPG 产能将从 25.5 万 t/a 提升至 33.5 万 t/a。目前,巴斯夫在德国路德维希港、美国德克萨斯州自由港以

及中国南京和吉林均有 NPG 生产装置。

作为具有高化学及热稳定性能的中间体,NPG 主要用于生产粉末涂料树脂;NPG 还可应用于制造润滑剂、增塑剂和药品。

(单嘉依)