

不同消解方式对气相分子吸收光谱法检测总氮的影响

王 非

(河北省水文勘测研究中心, 石家庄 050031)

摘要:通过气相分子吸收光谱法测定水样中总氮含量,比较仪器消解和手工消解两种消解方式对测定结果的影响。结果显示,仪器消解方法所需时间短,并且避免了人工操作不当带来的影响,与手工消解方式比较提高了测定结果的精密度和准确性。

关键词:气相分子吸收光谱法 消解 总氮

DOI:10.3969/j.issn.1001-232x.2020.05.028

Influence of different digestion methods on determination of total nitrogen by gas phase molecular absorption spectrometry. Wang Fei (Hebei Hydrological Survey and Research Center, Shijiazhuang 050031, China)

Abstract: The influence of instrument digestion and manual digestion on the determination results was compared. The results showed that the instrument digestion method needed less time, avoided the influence of improper manual operation, and improved the precision and accuracy of determination results.

Key words: Gas phase molecular absorption spectrometry; Digestion; Total nitrogen

1 引言

水中的总氮主要以无机氮(NO_3^- 、 NO_2^- 和 NH_4^+)和有机氮(蛋白质、氨基酸和有机胺)的形式存在,近年来,随着工业发展和人类活动的加剧,使水中的总氮含量增加,而对总氮含量进行测定,有助于评价水体污染状况,衡量水质富营养化现象^[1]。目前,水中总氮的测定方法较多。气相分子吸收光谱法相对于其他方法,使用试剂少,并且不使用有毒试剂,不受待测水样浊度影响,准确性和重复性较好,计算简便,已经广泛应用于水质中总氮的测定^[2-4]。在水质总氮测定的过程中,消解是影响测定指标的关键因素之一,不同的消解方法,操作难度不同,消解效果也有所差异^[5]。本研究采用仪器消解和手工消解两种方式对水质样品进行消解,通过比较不同消解方式对总氮消解效果的影响,为利用气相分子吸收法测定水质总氮时消解方式的选择提供参考。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

AJ-3700型气相分子吸收光谱仪,AJ-200型总氮紫外消解器(上海安杰环保科技股份有限公司)。

总氮载流液:将12mol/L盐酸稀释至6mol/L,于500mL试剂瓶中,加入250mL的6mol/L盐酸、100mL的0.15g/mL三氯化钛和20mL无水乙醇,密塞充分混合。将其装入无色透明的试剂瓶中待用;

消解液(碱性过硫酸钾溶液):称取1g氢氧化钠、1.9g四硼酸钠(硼砂),溶解于200mL水中,再加入6g过硫酸钾,密塞充分混合并放气;

总氮标准溶液:编号GSB 04-2837-2011(b),国家有色金属及电子材料分析测试中心;所有实验用上均为超纯水,所有实验试剂均为分析纯。

2.2 方法依据及原理

仪器消解:在碱性介质中,水样在 $95 \pm 2^\circ\text{C}$ 、紫外线照射下,被过硫酸盐将水样中的氨、铵盐和亚硝酸盐以及大部分的有机氮化合物氧化成硝酸盐。

手工消解:水样置于50mL容量瓶中,加入碱性过硫酸钾消解液密塞摇匀后,将容量瓶放入高压蒸汽消毒器中,加热至蒸汽压力107.8~127.4kPa,高

压 50min 消解,冷却至室温待测。

在 2.5~5mol/L 的盐酸介质中,于 70℃±2℃ 温度下,用三氯化钛将水样中硝酸盐快速还原分解,生成的 NO 用载气载入气相分子吸收光谱仪的吸光管中,测得的吸光度与总氮浓度遵守朗伯比尔定律。

3 结果与分析

3.1 两种消解方式实验操作及工作效率比较

根据两种消解方式实验操作及工作效率的比较,手工消解的优势是消解用仪器设备简单,但手工消解操作相对仪器消解步骤多,时间长,消解过程受外界干扰和实验员经验和水平限制,过程的重复性较差。自动消解虽然有一定的仪器成本,但每个样品消解时间几乎可以忽略,并使得每个样品从上机到数据产出仅需几分钟时间,大大提高了工作效率。并且仪器消解的自动化较强,避免了人工干扰,保证了测定结果的一致性和可靠性(表 1)。

表 1 两种消解方式比较

比较项目	仪器消解	手工消解
所需仪器	总氮紫外消解器	高压蒸汽消毒器
所需溶液	碱性过硫酸钾溶液	碱性过硫酸钾溶液
所需耗材	—	容量瓶,
压力要求	常压	高压,107.8~127.4kPa
所需时间	不到 5min	约 1h
是否需要值守	否	是

3.2 两种消解方法的准确度及精密度比较

分别称取标准样品各 5 份,利用仪器消解,手工消解两种方法,分别进行消解实验,消解后均使用 1.1 所示气相分子吸收光谱仪进行检测,测定结果见表 2 所示。两种消解方法对标准样品 1、2、3 检测均有较好的消解效果,测定值均在标准范围内,准确性较好。但对于 3 个标准样品,仪器消解的精密度均好于手工消解(表 2)。

表 2 两种消解方法的准确度及精密度比较

样品名	标准值(mg/L)	仪器消解(n=5)		手工消解(n=5)	
		测定值(mg/L)	RSD(%)	测定值(mg/L)	RSD(%)
标准样品 1	0.515±0.055	0.515~0.525	0.84	0.489~0.535	3.57
标准样品 2	1.711±0.121	1.707~1.731	0.59	1.730~1.791	1.55
标准样品 3	2.992±0.151	3.011~3.083	0.88	2.842~2.956	1.96

3.3 实际水质样品的测定

采用两种消解方法对不同水样进行消解,每个样品测定 5 份,测定结果见表 3。与手工消解相比,

仪器消解的精密度较高。尤其在对较低浓度样本进行检测时,手工消解测定的精密度较低,而仪器消解效果更好。

表 3 实际水质样品测定结果

样品名	仪器消解(n=5)						手工消解(n=5)					
	测定值(mg/L)						RSD(%)					
样品 1	18.793	18.762	18.731	18.702	18.709	0.20	18.685	18.756	18.745	18.764	18.804	0.23
样品 2	4.231	4.229	4.254	4.249	4.255	0.30	4.562	4.125	4.652	4.542	4.333	4.79
样品 3	20.689	20.564	20.644	20.601	20.599	0.23	20.865	20.365	20.155	20.254	20.564	1.38
样品 4	14.433	14.435	14.569	14.523	14.541	0.43	14.654	14.622	14.514	14.756	14.799	0.77
样品 5	3.123	3.211	3.147	3.156	3.189	1.10	3.255	3.564	3.544	3.155	3.146	6.20

3.4 仪器消解方式的优化

根据上述比较的结果,仪器消解与手工消解相

比具有一致性好,精密度高的优点,而仪器消解程度与数据测定的准确性有着密切的关系。消解时

间越长,消解越彻底。但消解时间过长也会影响工作效率,延长总体测试时间。为保证完全消解,一般设置消解时间为5min,为进一步优化仪器消解,在保证消解完全的基础上,尽量减少消解时间,以达到优化工作效率的目的。

实验选取标准样品1($0.515 \pm 0.055 \text{mg/L}$),在泵转速和消解管路一致的条件下,通过程序改变紫外灯加热装置处的停留时间,分析总氮消解程度与停留时间的关系。

如图1所示,紫外灯加热装置处的停留时间大于2min,样品中的总氮基本可以完全消解。为保证完全消解,同时提高测试效率,因此,优化消解时间可设置为2min。

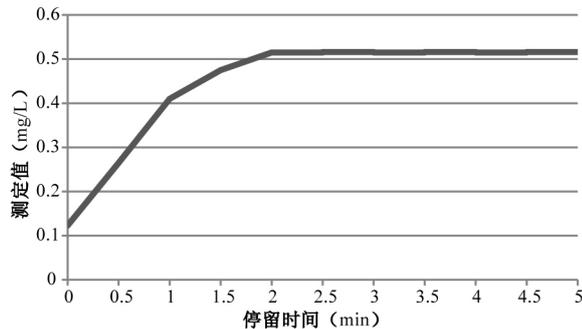


图1 紫外灯加热装置处的停留时间与总氮测定值的关系

4 结语

从以上实验结果可以看出,利用气相分子吸收

光谱法测量水质总氮时,采用仪器消解方法进行消解具有精密度高和准确度高的特点。并且与手工消解相比,仪器消解所需时间短,前处理环节简便,易于操作,并能大批量的处理样品,有效减少人力投入和操作强度,可快速的对实际水样中的总氮作出准确分析与评价,并且避免了人工操作不当带来的影响,使检测的精密度和准确性也大大提升,同时为更好的提高工作效率,通过消解时间差异分析对仪器消解方式进行了优化。

参考文献

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法. 3版[M]. 北京: 中国环境科学出版社. 1989: 278-285.
- [2] 莫怡玉, 茅丽秋, 吴卓智. 碱性过硫酸钾氧化-气相分子吸收光谱法测定水中总氮[J]. 环境监测管理与技术, 2010(4): 51-53.
- [3] 刘丰奎, 郝俊, 刘盼西, 等. 气相分子吸收光谱法测定水中总氮浓度不确定度评定[J]. 分析仪器, 2018, (5): 130-132.
- [4] 路杰, 白丽, 刘丰奎. 气相分子吸收光谱法在线氧化消解测定水质总氮研究[J]. 科技创新导报, 2016, 13(028): 48-49.
- [5] 崔轲, 李泓露, 高明, 等. 在线消解-气相分子吸收光谱法测定水中总氮[J]. 化工管理, 2019, (1): 28.

收稿日期: 2020-07-20



作者简介: 王非, 男, 高级工程师, 河北省水文勘测研究中心, E-mail: wangfei0118@126.com。