

紫外分光光度法测定水中总氮

李阳 刘丽艳 王玉莹*通讯作者

河北华清环境科技集团股份有限公司, 河北 石家庄 050000

摘要:本研究采用碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定水中总氮含量。总氮是水质评价的关键因素之一, 总氮过高会引发水体富营养化、水质下降等现象, 对环境造成不利影响。如何更加快速准确地测定水中总氮是我们当下需要解决的问题。实验针对实验用水、消解时间、消解温度、碱性过硫酸钾存放时间等因素对实验结果的影响进行分析, 选取超纯水作为试验用水、消解温度设定 122°C、消解时间 30 分钟、碱性过硫酸钾溶液在 3 天使用、采集的水样最好在 3 天内进行测定等为总氮测定的实验条件。并在此条件下, 对自来水、学校东边湖水、西边湖水进行总氮测定, 总氮在 2-70ug 范围内线性方程为 $Y=0.0098x+0.0021$, 相关系数 R 为 0.9996, 相对误差在 1.2% 至 2.1% 之间, 相对标准偏差为 2.0%, 方法线性关系良好, 准确度高, 适合水中总氮的测定, 可为其他实验室总氮测定过程提供参考, 具有一定的实际应用价值。

关键词: 紫外分光光度法; 总氮; 过硫酸钾

DOI: 10.63887/fns.2025.1.3.9

1. 引言

水中总氮的计量包含了多种形态的氮元素, 包括氨氮、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮和有机氮等。自然与人为因素共同影响着地表水中的总氮水平, 前者主要源自水体本身天然存在的氮元素, 后者来自人类活动导致的污染。人类活动中, 化肥农药的大量使用导致大量氮素通过径流和渗漏进入水体, 此外, 养殖业的排污以及含氮工业废水的任意排放同样会造成水体总氮浓度升高。总氮被视为评估水质污染及营养化^[1]水平的关键参数。总氮升高会造成水体富营养化, 导致浮游生物和藻类激增, 消耗水中的溶解氧, 从而引起水质恶化, 增加水处理的成本和难度。准确把握水体总氮浓度对于防治水体富营养化、维护生态平衡至关重要。

2. 实验部分

2.1 水样的采集

用三个硬质玻璃瓶分别收集泊水公园环城水系上、下游的水和实验室中自来水。分别记作水样 1、水样 2 和水样 3。加入适量浓硫酸调节 PH 至 1-2, 测定时用氢氧化钠溶液调节 pH 至中性。

2.2 实验原理

样品经过碱性过硫酸钾高温高压消解后, 利用紫外分光光度法对水样中总氮进行测定。其原理为: 碱性过硫酸钾在此条件下具有氧化性, 可将水样中的有机氮和无机氮等化合物转化为硝酸盐形式, 通过 220nm 和 275nm 波长处测定对应吸光度 A_{220} 和 A_{275} , 通过公式 $A = A_{220} - 2A_{275}$ 计算得出校正吸光度 A。根据实验数据表明, 总氮 (以 N 计) 的浓度与校正吸光度 A 存在正比关系。通过标准曲线法计算出总氮的含量^[1]。

2.3 条件探究

2.3.1 实验用水的选择

分别取超纯水和去离子水作为实验用水进行空白实验, 取五个 25ml 比色管各添加 10mL 超纯水和去离子水, 再加入 5mL 碱性过硫酸钾溶液, 塞紧管塞用线扎紧管塞, 进行五次平行实验, 放入立式灭菌锅, 122°C 下消解 30 分钟, 开阀放气后取出, 冷却至室温, 加入 1mL 盐酸溶液, 加超纯水稀释至刻线, 用紫外分光光度计以超纯水为参比进行测定。记录数据。

2.3.2 碱性过硫酸钾存放时间的选择

取存放 1 至 7 天的碱性过硫酸钾溶液进行空白实验，取 7 个 25ml 比色管，每比色管瓶中加入 10mL 超纯水，分别加入不同存放时间的碱性过硫酸钾溶液 5mL，塞紧管塞用线扎紧管塞，将比色管置于立式灭菌锅中，在 122℃下消解 30 分钟，开阀放气，取出比色管并冷却，加入盐酸溶液 1mL，用超纯水定容至刻度线，以超纯水为参比，用紫外分光光度计进行测定，进行 3 次平行实验，记录数据。

2.3.3 消解温度的影响

采用 10mg/L 的总氮标准样品作为水样，取 5 个 25ml 比色管，每个比色管加 10mL 水样，加 5mL 碱性过硫酸钾溶液，塞紧管塞用线扎紧管塞，在 118、120、122、124、126℃下消解 30 分钟，每个温度下平行测定 5 组，开阀放气后取出，冷却至室温，加 1mL 盐酸溶液，加超纯水稀释至标线，用紫外分光光度计以超纯水为参比进行测定，记录数据^[2]。。

2.3.4 消解时间的影响

选取 10、20、30、40、50 分钟的消解时间进行实验，分别取 10mL 总氮标准溶液加入 5 个 25ml 比色管中，加 5mL 碱性过硫酸钾溶液，用封口膜扎紧瓶口，在 122℃下经不同时间的消解，开阀放气后取出，冷却至室温，定量转移至 25mL 容量瓶，加入 1mL 盐酸溶液，加超纯水稀释至标线，用紫外分光光度计以超纯水为参比进行测定，记录数据。

2.3.5 水样放置时间的影响

取不同放置时间两种水样品，向 25ml 比色管中加

入 10mL 样品，加入 5mL 碱性过硫酸钾溶液，塞紧管塞用线扎紧管塞，122℃下消解处理 30 分钟，开阀放气，取出比色管，冷却，加 1mL 盐酸溶液，用超纯水定容至刻度线，用紫外分光光度计以超纯水为参比进行测定，记录数据。

2.4 标准曲线的绘制

准确吸取 0.00、0.20、0.50、1.00、3.00、7.00mL 的 10mg/L 的硝酸钾标准使用液于 25ml 比色管中，对应氮含量为 0.00、2.00、5.00、10.00、30.00、70.00 微克，补超纯水至 10mL，全部加入 5mL 碱性过硫酸钾溶液，塞紧管塞用线扎紧管塞，放入立式灭菌锅中，122℃加热 30 分钟，开阀放气，取出比色管冷却。

各添加 1mL 盐酸溶液后，用超纯水定容并充分混匀，以试剂空白为参比，用紫外分光光度计测定 220nm 和 275nm 处吸光度，记录数据。

3. 实验结果

3.1 实验用水的选择

本实验主要针对实验室常用的两种水质，即超纯水和去离子水，测定其空白值。实验结果见表 3.1，由表 3.1 所示，采用不同种类实验用水会直接影响实验的空白值。在去离子水中，消解氧化过程中，氮元素被转化为硝酸盐，这会导致测定的空白值上升，吸光度超过 0.030，难以保证实验的精度要求^[3]。

表 3.1 不同实验用水测定的空白值

类型		空白值 A				平均值
超纯水	0.021	0.018	0.018	0.020	0.019	0.019
去离子水	0.036	0.040	0.039	0.040	0.038	0.039

因此，为了确保总氮含量测定结果的准确性，选用超纯水作为测定总氮的实验用水。超纯水在制备过程中已经去除了大部分的杂质，能够满足实验对水质的基本要求。但为了保证实验结果的可靠性，建议在每次实验前都现场制备并立即使用，避免因水质在存储过程中发生变化而影响实验结果。

综上所述，虽然无氨水是理想的实验用水，但由于其制备过程的复杂性，我们可以选择使用新鲜制备的超纯水作为替代。这种方法既保证了实验结果的准确性，又提高了实验的效率，是一种实用且有效的解决方案。

3.2 碱性过硫酸钾的存放时间的选择

碱性过硫酸钾在实验过程中非常关键，直接关系

到对待样品的分析结果的准确性和可靠性。根据国家标准规定，配制碱性过硫酸钾时需要严格按照以下步骤进行：首先将过硫酸钾和氢氧化钠分别溶解于实验用水中，待水温降下再进行混合。如果两者同时溶解了这两种物质，温度过高，将会导致过硫酸钾失效。

通过将碱性过硫酸钾分别存放 1 到 7 天来评估其

对空白值的影响，进行实验，所得实验数据见图 3.1，由图 3.1 可知，前三天不同的存放时间的碱性过硫酸钾对空白值稍有影响但相差不大，且都满足小于 0.030 的要求。然而，第四天以后空白值迅速升高，超出了 0.030 的要求。

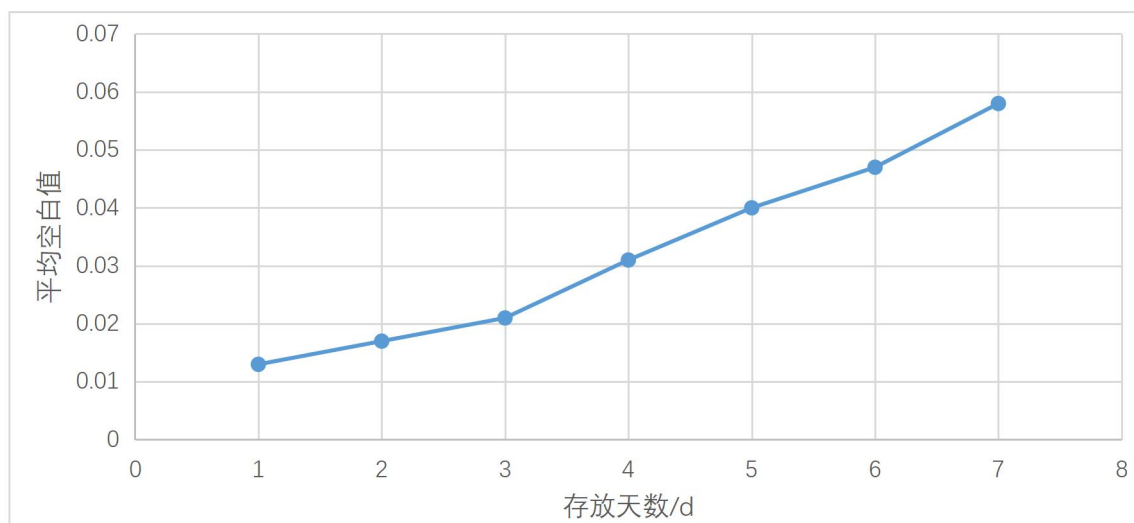


图 3.1 碱性过硫酸钾存放时间的影响

综上所述，在进行总氮的测定时，建议按照国家标准中规定的方式进行配制，配制好的碱性过硫酸钾要在三天内使用，特别是在不同环境条件下进行实验时，最好是现配现用，以确保实验数据的可靠性和准确性。

3.3 消解温度的选择

由 2.4.3 实验结果作图见图 3.2，由图 3.2 可得出，

较低的消解温度将会导致氧化不完全，进而导致测定结果偏低；相反，过高的消解温度加速了过硫酸钾的分解速度，导致测定结果偏高。此次以 10mg/L 的总氮标准溶液作为实验样品，于五个不同的消解温度下进行测定，结果表明，消解温度为 122℃ 时，所得测定数据更加接近标准值。

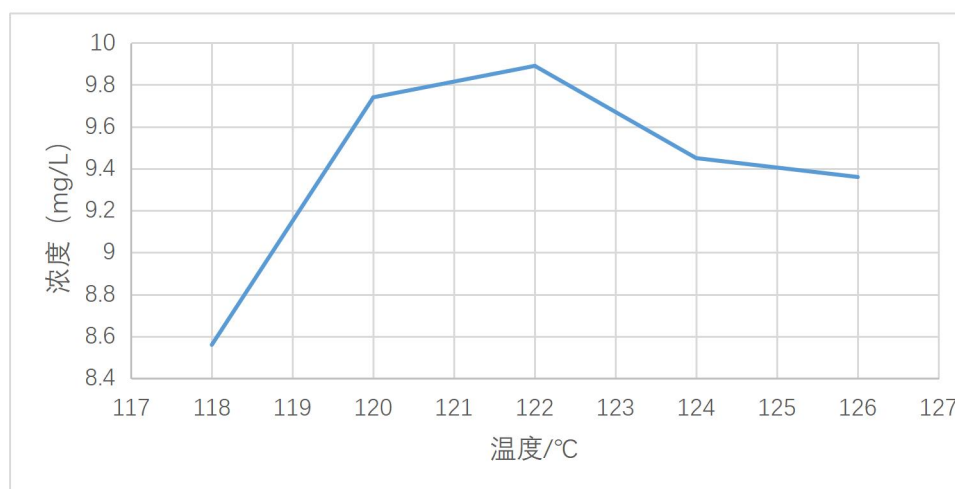


图 3.2 消解温度对测定的影响

因此，实验水样测定总氮的消解温度选择 122℃。

3.4 消解时间的选择

要使含氮化合物全部转化为硝酸盐态的氮，必须进行充分消解。由 2.4.4 实验结果作图见图 3.3，由图 3.3，可以发现一个显著的趋势：当样品在 122℃ 下加热 10 分钟、20 分钟和 30 分钟时，浓度值呈现出显著的下降。这一现象表明，在立式灭菌锅加热消解的过程中，至少需要 30 分钟的消解时间，以确保过硫酸钾能够充分分解。当加热时间延长至 30 分钟、40 分钟和 50 分钟时，浓度值逐渐趋于平稳。这一结果提示，对于总氮的消解过程而言，需要至少 30 分钟才能将样品

中的各种含氮化合物彻底消解。但消解时间也不宜过长，以免无谓地延长实验周期，影响工作效率。因此为了确保实验结果的准确性和实验效率，实验室在进行总氮消解时，应将加热时间控制在 30 分钟左右。这样的消解时间既能保证样品中的含氮化合物被充分分解，又能避免因消解时间过长而导致的效率低下。当然，不同实验室的具体条件可能存在差异，因此在实际操作中，建议根据各自的实验环境和设备特点，对消解时间进行适当的调整和优化^[4]。

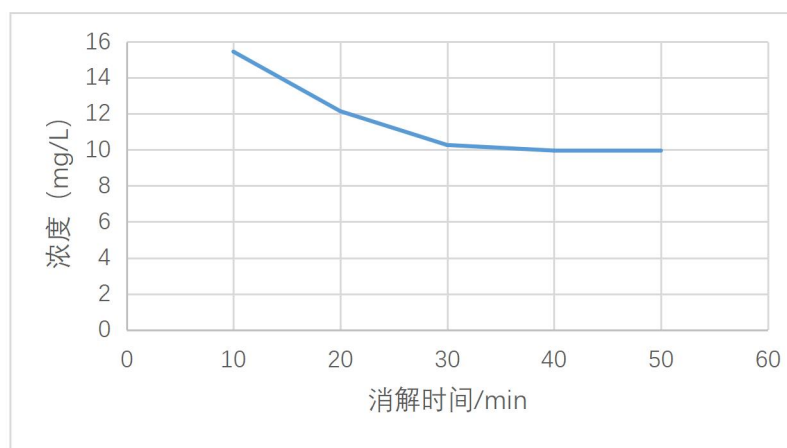


图 3.3 消解时间的影响

因此，实验水样测定总氮的消解时间选择 30 分钟。

3.5 水样放置时间的选择

将 2.4.1 中的数据以浓度对放置天数作图，见图 3.4。由图 3.4，可以观察到水样中总氮浓度随放置时间变化的趋势。对于两水样，随着放置时间的延长，总氮浓

度呈现出上升趋势。在放置初期，浓度的变化相对平稳，但随着时间的进一步推移，尤其是在后期，浓度的增长变得更加显著，这表明水样的种保存期限为三天。所以采集到水样后应在 3 天内进行测定。因此，实验水样测定总氮时水样的保存期限为 3 天。

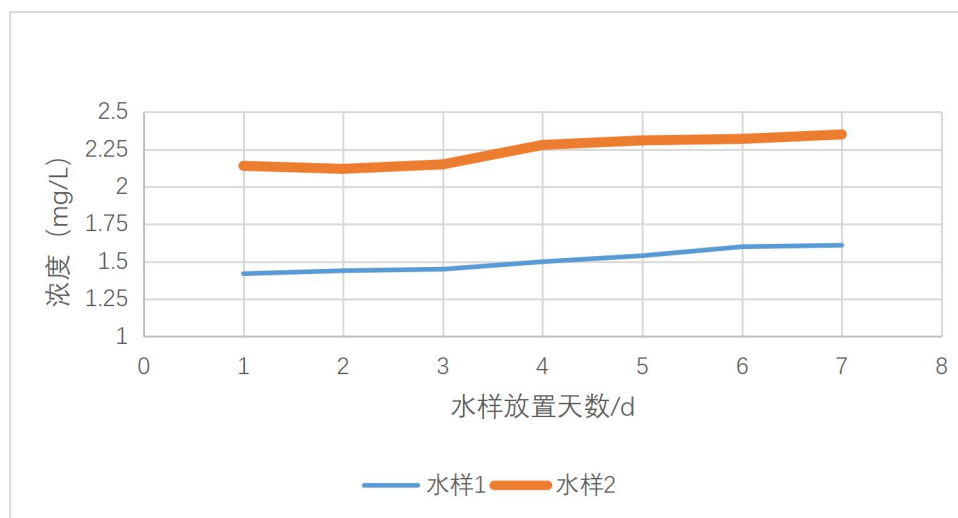


图 3.4 水样放置时间对总氮的影响

3.6 标准曲线的绘制

将 2.5 中所得实验数据一吸光度对总大能量作图，

见图 3.5。由图 3.5 可知，总氮量在 2-70ug 范围内线性回归方程为 $Y=0.0098x+0.0021$ ， $R=0.9996$ ，线性关系良好。

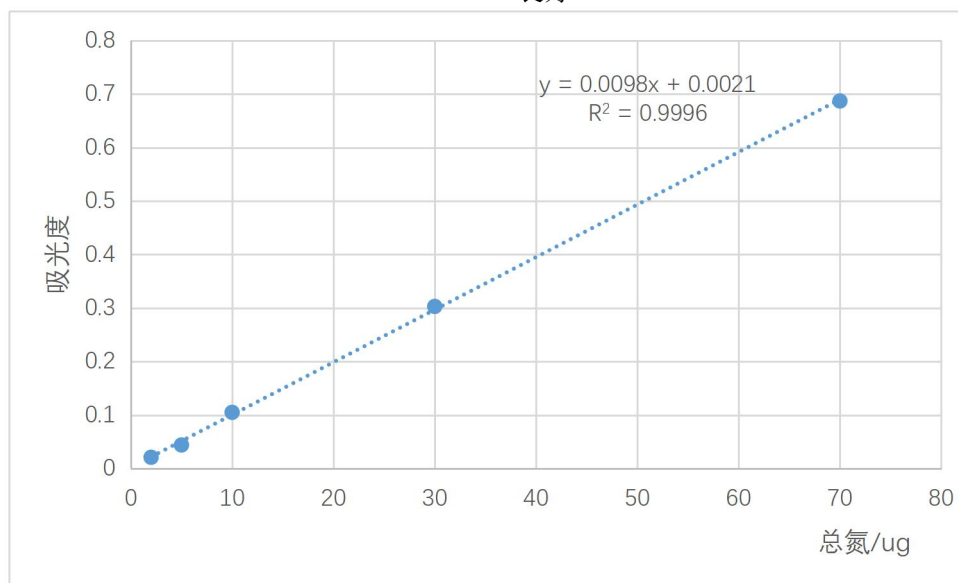


图 3.5 标准曲线图

3.7 样品测定

分别对自来水、泊水公园环城水系上、下游水进行总氮测定，得到数据见表 3.2，可得在测定的自来水、

泊水公园环城水系上、下游水三个水样中，10 次测定总氮含量平均值分别为 0.7808、1.485、2.1726mg/L，自来水中总氮含量低，泊水公园环城水系上、下游水总氮含量偏高。

表 3.2 样品测定数据

样品	测定值/ (mg/L)					平均值
自来水	0.756	0.781	0.792	0.823	0.752	0.7808
	0.782	0.765	0.794	0.773	0.781	
环城水系上游	1.420	1.472	1.534	1.485	1.516	1.485
	1.481	1.479	1.468	1.483	1.481	
环城水系下游	2.134	2.186	2.157	2.212	2.174	2.1726
	2.193	2.146	2.189	2.176	2.168	

3.8 标准品测定

按照实验步骤对 10mg/L 总氮标准样品进行测定。根据标准样品测定值经计算得出较高的准确度，说明了碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法在水中总氮含量测定方面具有可靠性。

结论

结果表明，去离子水和超纯水皆能满足实验要求，但超纯水的效果更好，配制好的碱性过硫酸钾溶液必

须在 3 天内使用。除此之外，还分析了消解时间对测定值的影响。通过控制消解温度和时间，发现在 122℃ 下消解 30 分钟时，测定结果更加准确。实验中测得相对标准偏差为 2.0%，平均相对误差 1.56%；样品存放前三天浓度的变化相对平稳，三天后浓度的增长变得更加显著，所以采集到水样后应在 3 天内进行测定。因此，使用新鲜制备的超纯水、现制的过硫酸钾，以及在 122℃ 下消解 30 分钟，能将水中的含氮化合物充

分消解成硝酸盐，从而保证实验结果的准确性和可靠性。实验结果为总氮测定提供了重要的操作指南，也为相关领域的研究提供了可靠的数据支持。

有望在提升准确性与稳定性、实现自动化与智能化、便携式检测手段等方面取得更多成果，为水环境保护与水质监测提供更多技术支持^[5]。

紫外分光光度法对水体总氮的测定具有广阔前景，

参考文献

- [1]丁志斌,余占环,程婷婷,等.紫外分光光度法测定水中总氮的实验条件研究[J].净水技术,2008(01):61-64.
- [2]刘春景.《水质总氮的测定碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》空白影响因素的探讨[J].化工管理,2017(06):174.
- [3]王志伟,马冬梅.影响总氮测定结果的几个因素[J].北方环境,2004(02):57-58.
- [4]吴枰,周敏.蓬安县饮用水源地水质总氮测定的方法研究——碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法[J].科技创新导报,2016,13(02):68-69.
- [5]蔡海霞,封丽红,霍振平,等.紫外分光光度法测定水中总氮的改进消解方法[J].工业水处理,2011,31(01):71-73.