

微波消解-UV 分光光度法快速测定水中总氮

张绍辉, 王伟伟, 贾腾, 陈硕, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要:使用微波消解-UV 分光光度法快速测定水中总氮, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 水;总氮;微波消解

总氮是指水体中各种形态的氮的总量, 是反映水体受污染程度和湖泊、水库水体富营养化程度的重要指标之一。特别对于湖泊、水库水体, 由于含氮量的增加, 水体中浮游生物和藻类大量繁殖而消耗水中的溶解氧, 从而加速湖泊、水库水体的富营养化和水体质量恶化。通常在测定水中总氮时采用 GB 11894-89 碱性过硫酸钾-高温高压消解法进行水样预处理。但是此种消解法对温度和压力要求严格, 且操作比较繁琐, 消解时间过长。因此, 此次实验采用微波消解法进行水样的预处理, 方法简便, 快速, 消解彻底, 在较宽的线性范围内具有较好的精密度和准确度。本次实验对两个点的样品进行测定, 同时进行加标实验, 得到了满意的结果。

1 仪器与试剂

可见紫外分光光度计、MASTER 系列/MDS 系列微波消解仪、聚四氟乙烯消解罐、10mm 石英比色皿、25ml 具塞比色管、水浴锅、移液管, 实验用无氨水、20g/l 氢氧化钠溶液、4% 碱性过硫酸钾溶液、100mg/l 硝酸钾贮备液、(1+9) 盐酸

2 实验原理

微波消解技术极化分子本身的热运动和分子之间的相对运动会产生类似于摩擦、碰撞、震动和挤压的作用, 使得所在体系能量增高并快速升温, 消解速度大大加快, 而以聚四氟乙烯为材质的消解罐强度高, 有效地避免了爆粘附、交叉污染等一系列问题。

UV 分光光度法用实验得到的吸收曲线对样品进行定性, 该法的定量依据是朗伯—比尔定律。当一束光强度为 i_0 的平行单色光通过有色溶液时, 一部分被溶液吸收, 一部分被器皿表面反射, 还有一部分透过溶液。也即 $i_0 = i_a + i_r + i_t$ 。在测定过程中, 都是采用相同的比色皿, i_r 可以认为是常数, 且可忽略不计, 所以 $i_0 = i_a + i_t$ 。溶液的透射比越大, 表示它对光的吸收越小。实践证明, 溶液对光的吸收程度与溶液浓度、液层厚度及入射光波长等因素有关, 即:

$a = \lg(i_0/i) = kbc$ 。实验中需要配制一系列不同浓度的标准溶液, 在选择实验条件下显色, 分

别测定其吸光度，然后以标准曲线中待测组分的含量为横坐标、吸光度为纵坐标作图，可得到一条标准曲线。此时，在同样条件下测量待测溶液的吸光度，便可从标准曲线上查出其对应的浓度。

3 实验方法

3.1 实验步骤

- 1) 用移液管取 10ml 水样于消解罐中，加入 5ml 碱性过硫酸钾溶液，摇匀。
- 2) 将样品置于微波消解仪中，设置 120 度，消解时间定为 10min，启动仪器进行消解。
- 3) 消解结束后，冷却消解罐至室温，然后打开密封盖，用无氨水冲洗帽内和罐内，加 (1+9) 盐酸 1ml，再用无氨水稀释至 25ml 标线，摇匀。
- 4) 移取部分溶液至 10mm 石英比色皿中，在紫外分光光度计上，以无氨水作参比，分别在波长为 220nm 和 275nm 处测定其吸光度，并计算其校正吸光度。计算公式为：
 $a_s = a_{s220} - 2a_{s275}$ ； $a_b = a_{b220} - 2a_{b275}$ ； $a_r = a_s - a_b$ 。
- 5) 将得到的校正吸光度代入标准曲线，由此得到水中的总氮含量。

3.2 空白实验

以 10ml 无氨水代替原有样品，采用与测定完全相同的试剂、用量以及分析步骤进行平衡分析。

3.3 标准曲线的绘制

分别取 0.2mg/l、0.5mg/l、3.0mg/l、5.0mg/l、7.0mg/l 硝酸钾标准使用溶液，以无氨水为参比，测定其吸光度。用校正后的吸光度绘制标准曲线。

4 实验结果

其中水样一和水样二的吸光度经换算分别为 0.571abs 和 0.494abs。由标准曲线拟合的线性函数： $y = 0.0973x + 0.0067$ ，由可见紫外分光光度计测得的样品 1、2 的校正吸光度 a_r 分别为 0.571abs、0.494abs、可以算得总氮含量分别为 5.799mg/l 和 5.008mg/l。总体来看，测定准确，结果满意。

5 结论

本次实验采用微波消解法进行水样的预处理，方法简便，快速，消解彻底，在较宽的线性范围内具有较好的精密度和准确度。本次实验对两个点的样品进行测定得到了较为满意的结果。该方法在水样较少的情况下，可以节省时间，也保证了消解效果，用过硫酸钾可以在短时间内消解彻底，而且操作简便，具有较高的精密度，结果符合分析方法的要求，值得推

广应用。

中国仪器仪表学会