总氮

大量生活污水、农田排水或含氮止业废水排入水体，使水中有机氮和各种无机氮化物含量增加，生物和微生物类的大量繁殖，消耗水中溶解氧，使水体质量恶化。湖泊、水库中含有超标的氮、磷类物质时，造成浮游植物繁殖旺盛，出现富营养化状态。因此，总氮是衡量水质的重要指标之一。

1.方法选择

总氮测定方法通常采用过硫酸钾氧化，使有机氮和无机氮化合物转变为硝酸盐后，再以紫外法、偶氮比色法，以及离子色谱法或气相分了吸收法进行测定。

2.样品保存

水样采集后，用硫酸酸化到pH<2,在24h内进行测定。

过硫酸钾氧化紫外分光光度法（GB-11849-89）

1.方法原理

在60℃以上的水溶液中过硫酸钾按如下反应式分解，生成氢离子和氧。

K2S2O8+H2O→2KHSO4+1/2O2

KHSO4→K-1+HSO4-

HSO4-→H++SO42-

加入氢氧化钠用以中和氢离子，使过硫酸钾分解完全。

在120~124℃的碱性介质条件下，压过硫酸钾作氧化剂，不仅可将水样中的氨氮和亚硝酸盐氮氧化为硝酸盐，同时将水样中大部分有机氮化合物氧化为硝酸盐。而后，用紫外分光光度法分别于波长220nm与275nm处测定其吸光度，按A=A220-2A275计算硝酸盐氮的吸光度值，从而计算总氮的含量。其摩尔吸光系数为1.47×103L/(mol\*cm).

2.干扰及消除

①水样中含有六价铬离子及三价铁离子时，可加入5%盐酸羟胺溶液1 ~2ml以消除其对测定的影响。

②碘离子及溴离了对测定有干扰。测定20ug硝酸盐氮时，碘离子含量相对于总氮含量的0.2倍时无干扰;溴离子含量相对于总氮含量的3.4倍时无干扰。

③碳酸盐及碳酸氢盐对测定的影响，在加入一定量的盐酸后可消除。

④硫酸盐及氯化物对测定无影响。

3.方法的适用范围

该法主要适用于湖泊、水库、江河水中总氮的测定。方法检测下限为0.05mg/L,上限为4mg/L.

4.仪器

①紫外分光光度计。

②压力蒸汽消毒器或民用压力锅，压力为1.1 ~1.3kg/cm2 ,相应温度为120~ 124℃。

③25ml具塞玻璃磨口比色管。

5.试剂

1）无氨水:每升水中加入0.1ml浓硫酸，蒸馏。收集馏出液于玻璃容器中或用新制备

的去离了水。

2） 20%氢氧化钠溶液:称取20g氢氧化钠，溶于无氨水中，稀释至100ml。

3)碱性过硫酸钾溶液:称取40g过硫酸钾（K2S2O8）, 15g氢氧化钠，溶于无氨水中，稀释至1000ml。溶液存放在聚乙烯瓶内，可贮存一周。

4)（1+9）盐酸。

5)硝酸钾标准溶液:

①标准贮备液:称取0.7218g经105一110℃烘干4h的优级纯硝酸钾（KNO3）溶于无氨水中，移至1000ml容量瓶中定容。此溶液每毫升含100ug硝酸盐氮。加入2ml三氯甲烷为保护剂，至少可稳定6个月。

②硝酸钾标准使用液:将贮备液用无氨水稀释10倍而得，此溶液每毫升含10ug硝酸盐氮。

6.步骤

1)校准曲线的绘制

①分别吸取0、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00、7.00、8.00ml 硝酸钾标准使用溶液于25ml比色管中，用无氨水稀释至10ml标线。

②加入5ml碱性过硫酸钾溶液，塞紧磨口塞，用纱布及纱绳裹紧管塞，以防迸溅出。

③将比色终置于压力蒸汽消毒器中，加热0.5h，放气使压力指针回零。然后升温至120℃~124℃开始计时(或将比色管置于民用压力锅中，加热至顶压溉吹气开始计时)，使比色管在过热水蒸气中加热O.5h。

④自然冷却，开阀放气，移去外盖，取出比色管并冷至室温。

加入(1+9)盐酸1 ml，用无氨水稀释至25ml标线。

⑥在紫外分光光度计上，以无氨水作参比，用10mm石英比色皿分别在220nm及275nm波长处测定吸光度。用校正的吸光度绘制校准曲线。

(2)样品测定步骤

取10ml水样，或取适量水样(使氮含量为20~80ug ) 。按校准曲线绘制步骤②至⑥操作。然后按校正吸光度，在校准曲线上查出相应的总氮量，再用下列公式计算总氮含量:

总氮(mg/L)=

式中:m—从校准曲线上查得的含氮量（ug);

V一所取水样体积(ml)。

7.精密度和准确度

①21个实验室对二种含总氮1.15~ 2.64mg/L的统一样品进行了测定，室内相对标准偏差为1.6%^~2.5%;空间相对标准偏差为1.9%-4.9%.

②21个实验室，共测定64种水样(水库、湖水、河水等地表水55种，井水两种，废水七种)。每种水样重复测定六次。相对标准偏差一般小于5%，最大为7% ;平均回收率在95%一105%之间，仅两种水样回收率为90%。

8注意事项

1. 考吸光度比值A275/A220×100%大于20%时，应予鉴别(参见硝酸盐氮测定中的(四)紫外分光光度法)。

②玻璃具塞比色管的密合性应良好。使用压力蒸汽消毒器时.冷却后放气要缓慢;使用民用压力锅时，要充分冷却方可揭开锅盖，以免比色管塞蹦出。

③玻璃器皿可用10%盐酸浸洗，用蒸馏水冲洗后再用无氨水冲洗。

④使用高压蒸汽消毒器时，应定期校核压力表:使用民用压力锅时，应检查橡胶密封圈，使不致漏气而减压。

⑤测定悬浮物较多的水样时，在过硫酸钾氧化后可能出现沉淀。遇此情况，可吸取氧化后的上清液进行紫外分光光度法测定。