

气相分子吸收光谱法在线氧化消解测定水质总氮研究^①

路杰¹ 白丽² 刘丰奎²

(1.湖南省津市环境保护监测站 湖南津市 415400; 2.上海安杰环保科技有限公司 北京 100000)

摘要:总氮是衡量水质富营养化程度的主要指标之一。研究热复合-紫外光催化氧化在线消解气相分子吸收光谱法分析测定水和废水中总氮,实现了在较低温度和常压条件下水质中总氮快速、安全和稳定的自动化批量分析。该文围绕热复合-紫外光催化氧化,提出了利用热复合-紫外光催化氧化在线消解气相分子吸收光谱法分析测定水中总氮的方法,并从环境水质分析中的运用,对其作用原理、装置设计及实验对比结果等几个方面进行论述,以期可以获得更好的测定效果。

关键词:气相分子吸收光谱法 总氮 热复合-紫外光催化氧化 在线消解

中图分类号:X832

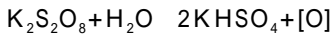
文献标识码:A

文章编号:1674-098X(2016)10(a)-0048-02

近年来,随着经济的发展,人类活动的加剧,大量的生活污水、农田废水或含氮工业废水排入自然水体,使水质中有机氮和无机氮化合物含量增加^[1-3],导致水质富营养化现象日益加重,严重地影响了人类的正常生活,而湖水、水库等水质内极易富营养化,因此,总氮是当今控制水质质量的重要指标之一。

1 实验原理

过硫酸根离子是最强的氧化剂之一,在60℃以上的水溶液中,过硫酸钾分解产生氢离子和原子态氧,加入氢氧化钠中和氢离子,使过硫酸钾分解完全。反应方程式如下。



紫外光催化氧化机理:紫外光催化氧化是一种紫外光辐射和氧化剂结合使用的方法。在紫外光激发下,氧化剂光分解产生氧化能力更强的自由基([O]),从而可以氧化更多单用氧化剂无法分解的、难降解的有机污染物。热复合-紫外光催化氧化,使得在氧化能力还是反应速率上,都远远超过单独使用一种氧化方法所达到的效果。

2 系统设计

系统主要包括流路驱动模块、热复合-紫外光催化氧化模块及气相分子吸收光谱仪等,系统框图如图1所示。流路驱动模块包括多位阀和蠕动泵及相应的驱动电路。热复合紫外光催化氧化模块采用该实验室研制的消解装置,通过温度控制电路和紫外灯驱动电路实现消解预处理在线装置。最终将流路驱动模块和热复合-紫外光催化氧化模块应用于气相分子吸收光谱设备中,实现总氮的在线自动检测方法。

为了实现总氮的自动分析检测,在流路部分需要完成水样和试剂的自动进样、混合,流路的清洗等过程。系统采用连续流动注射分析技术完成上述过程。

3 实验仪器及试剂

3.1 实验仪器设备

气相分子吸收光谱仪(上海安杰环保科技有限公司);灭菌锅(上海博迅实业有限公司);紫外分光光度计(上海奇立科学仪器有限公司);万分之一天平(赛多利斯科学仪器有限公司);移液器(吉尔森公司);自制研发热复合-紫外光催化氧化模块。

3.2 试剂

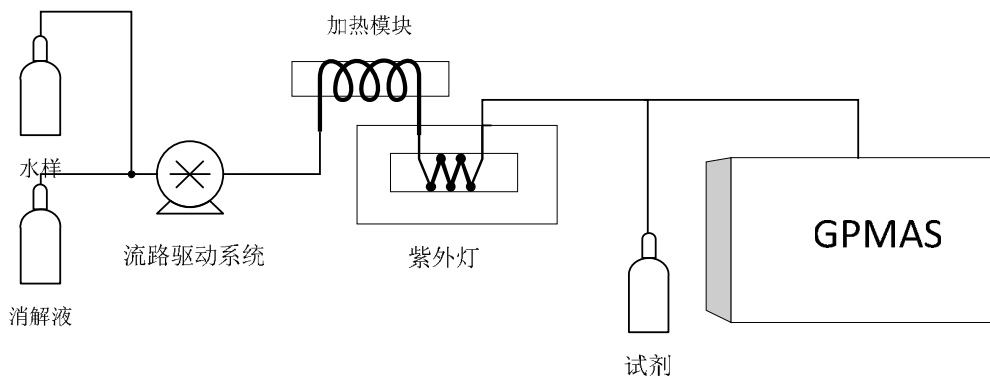


图1 系统流程装置图

作者简介:路杰(1973,1—),男,汉,湖南人,本科,中级工程师,从事环境监测领域研究。

水质总氮标准样品[批号:GSB 04-2837-2011环境保护部标准样品研究所];过硫酸钾(SIGMA);氢氧化钠(国药集团);硼砂(天津光复科技);盐酸(北京化工厂);三氯化钛(天津永大化学);无水乙醇(国药集团);实验室用水为纯净水。

3.3 实验步骤

(1)精确配置含氮量1 000 mg/L的水质总氮标准溶液,用移液器精确抽取1 000 μL的上述溶液,定容至250 mL的容量瓶中即可得到含氮量为4mg/L的总氮标准溶液。

(2)用万分之一天平分别称取定量的过硫酸钾、氢氧化钠及硼砂,溶解后定容的容量瓶中,用于总氮的消解液。

(3)打开蠕动泵设置不同的转速,使水样及消解液通过流路系统进样、混合。同时开启热复合-紫外光催化氧化模块,使温度达到设定温度,流经流路模块混合后的水样进入热复合-紫外光催化氧化模块进行水样消解。

(4)氧化消解后的水样通过AJ-3000气相分子吸收光谱仪中进行测定,气相分子吸收光谱仪自动计算出对应的硝酸根离子浓度,从而测定出水中总氮的含量。

4 实验结果与讨论

4.1 最佳消解条件

实验证明消解液组分含量:过硫酸钾6.25 g,2.25 g的氢氧化钠及4.75 g的硼砂,溶解后定容于500 mL的容量瓶中;蠕动泵转速:水样20 r/min,消解液2 r/min;加热温度为95 °C;单根10 W的紫外灯为最佳的消解条件。

4.2 方法对比实验结果

取某市周边自然水体水样4组:1#水样、2#水样、3#水样、4#水样,进行总氮的氧化消解测定,并与实验室国标法测定值进行对比。每个水样用2种方法分别做3次平行样。

利用热复合-紫外光催化氧化模块气相分子吸收光谱仪消解水中总氮,总氮含量在2~10 mg/L范围内,相对标准偏差均小于5%,总氮消解的氧化转化率大于96.5%,加标回收率在95%~102%之间。对于自然水采用本法进行氧化消解气相分子吸收光谱仪测总氮,并与实验室国标法进行对比,相对偏差在4%~9%之间,满足分析测试要求。

5 结语

热复合-紫外光催化氧化模块测水质中总氮,无需使用高温高压,使水样在短时间内实现连续、快速、彻底的氧化消解,具有较高的精密度和准确度,结果符合分析方法的要求,该法仅需要外加蠕动泵和自制研发的热复合-紫外光催化氧化模块就可以实现气相分子吸收光谱法在线自动总氮消解及测定,简便可行,具有很好的检测效果,同时节省了时间和人工的投入,有望在环境水质在线监测提供中应用推广。

参考文献

- [1] 吴雅琴.紫外分光光度法测定水质总氮影响因素分析[J].贵州化工,2009,34(5):45-49.
- [2] 蔡海霞,封丽红,雷振平,等.紫外分光光度法测定水中总氮的改进消解方法[J].工业废水处理,2011,31(1):71-73.
- [3] 郑京平.关于过硫酸钾氧化-紫外分光光度法测定总氮方法改进探讨[J].光谱实验室,2011,28(1):211-217.

(上接47页)

表3 1号试样、2号试样实测值

	测定次数	铅的含量(μg/L)	SD	RSD(%)
1号试样	1	4.92	0.036	0.73
	2	4.97		
	3	4.99		
2号试样	1	4.52	0.07	1.52
	2	4.63		
	3	4.65		

表4 1号试样加标实测值

序号	样品中铅的浓度(μg/L)	加标值(μg/L)	测定值(μg/L)	回收率(%)
1	4.92	5.00	9.75	96.0
2	4.97		9.76	
3	4.99		9.77	

(3)对1号试样进行加标试验,见表4。

3 结语

采用石墨炉原子吸收分光光谱法直接测定人体汗液中铅,灵敏度高,重现性好等特点,表明了此研究方法是快速测定人体汗液中铅含量的适宜方法。

参考文献

- [1] GB 5009.12-2010,食品安全国家标准食品中铅的测定

[S].

- [2] 周勇义,谷学新,马群,等.微波消解石墨炉原子吸收法测定中药中铅、镉含量的研究[J].光谱实验室,2004,21(3):465-468.
- [3] 汤盛翔,孟达,吴次南.ICP-OES与ICP-MS测定人体汗液的5种微量重金属元素[J].山地农业生物学报,2015,34(5):38-41.