

# 总氮

## 过硫酸盐氧化法

低浓度测量范围：0.5 –25.0 mg/L N

应用范围：用于水与废水。

方法 10071

Test 'N Tube™ 管



### 测试准备工作

表1 仪器详细说明

仪器型号	遮光罩型号	适配器型号
DR 5000	—	—
DR 2800	LZV 646	—
DR 2700	LZV 646	—
DR/2500	—	—
DR/2400	—	5945700

### 测试开始前：

针对型号为DR 2800 和DR 2700的仪器：测试前请在适配器模块#2上方安装上遮光罩。

测定总氮需要对样品进行消解预处理。

本方法的测试技术非常灵敏，请按照以下要求倒转试剂管以避免测试结果偏低：将试剂管呈垂直方向，盖子朝上拿放。倒转试剂管时，请等待所有的溶液朝下流到盖子的方向，等待片刻，再将试剂管倒转回原来的垂直方向，盖子朝上，等待所有的溶液朝下流回试剂管底。这个过程是倒转试剂管一次。

如果测试需要重新进行一遍，重复消解过程然后测试稀释液。为了测试结果的准确性，必须重新进行消解。

用试剂组中准备的不含有机物的去离子水来配制标准溶液，进行测试。

### 准备下列物品：

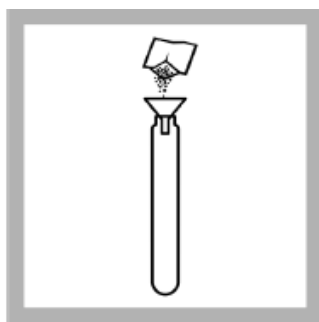
名称及描述	数量
低量程总氮 Test 'N Tube AmVer™试剂管	1
DBR 200 消解器	1
小漏斗	1
遮光罩或适配器 (请参见 <i>仪器详细说明</i> )	1
TenSette® 移液枪及其配套的枪头，测量范围1.0 - 10.0 mL	1
试剂管冷却架	1 - 3
手指护套	2

订购信息请参看 *消耗品和替代品信息*

## 低量程过硫酸盐氧化法 (Test 'N Tube™ 管) 测试流程



1. 打开DBR 200 消解器，加热至105 °C。



2. 用一个小漏斗，分别向两个低量程Total Nitrogen Hydroxide 消解试剂管中各加入一包Total Nitrogen Persulfate 总氮过硫酸盐试剂粉枕包。将盖子或螺纹上粘上的试剂擦去。

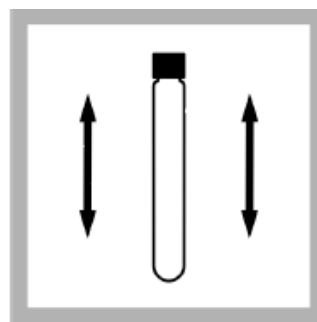
**注意：**一组样品只需一个空白值。



3. **样品的测定：**向一个试剂管中加入2 mL样品。

**空白值的测定：**向第二个试剂管中加入2 mL试剂组件中配套的去离子水。

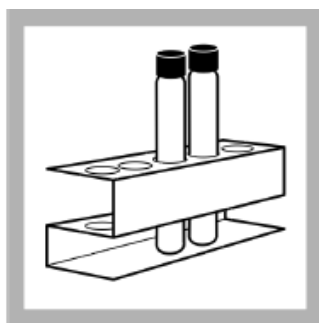
准备空白值时，只能用完全不含氮的水代替试剂组件中配套的去离子水。



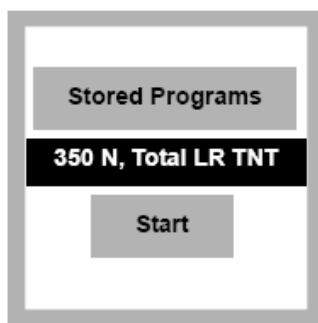
4. 将两个试剂管盖上盖子。猛烈摇晃至少30秒以混合均匀。摇晃后过硫酸盐试剂可能不能完全溶解，但这不会影响测试的结果的准确性。



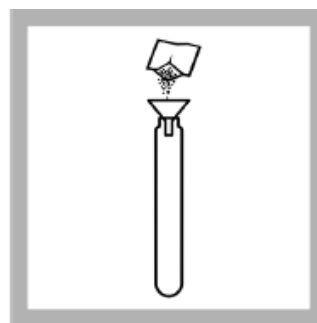
5. 将试剂管插入消解器，盖上盖子。**加热消解正好30分钟。**



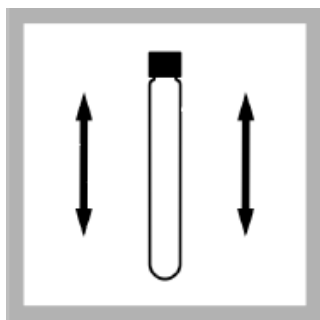
6. 消解时间结束后，立即用手指护套将热的试剂管从消解器中取出，放在试剂管冷却架上冷却至室温。



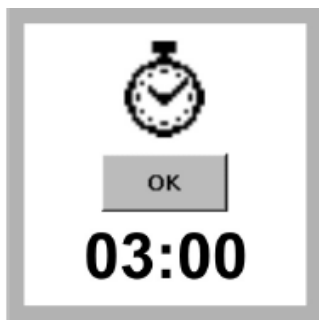
7. 选择测试程序。参照**仪器详细说明**的要求插入适配器或遮光罩 (详细介绍请参见用户手册)。



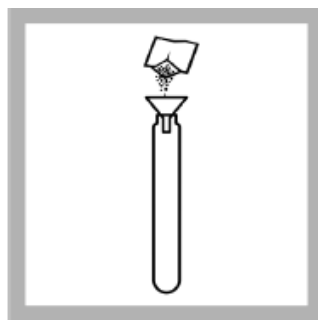
8. 将试剂管的盖子打开，分别向两个试剂管中各加入一包Total Nitrogen (TN) A 总氮A试剂粉枕包。



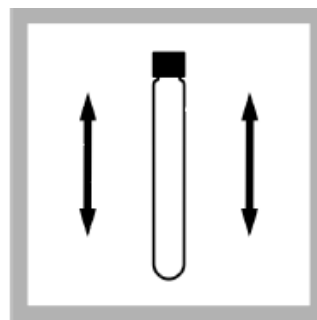
9. 盖上盖子，上下摇晃试剂管15秒。



10. 启动仪器定时器。计时反应3分钟。

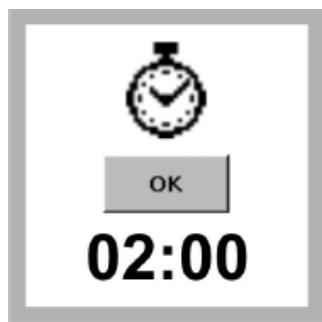


11. 计时时间结束后，将试剂管的盖子打开，分别向两个试剂管中各加入一包TN B 总氮B试剂粉枕包。



12. 盖上盖子，上下摇晃试剂管15秒。试剂粉末可能不能完全溶解，但这不会影响测试的结果的准确性。此时溶液应开始变成黄色。

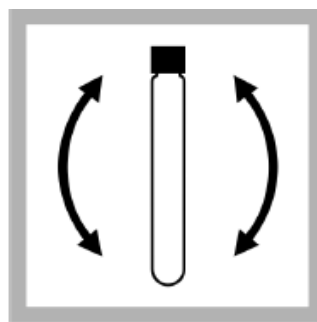
## 低量程过硫酸盐氧化法 (Test 'N Tube™ 管) 测试流程 (续)



13. 启动仪器定时器。计时反应2分钟。

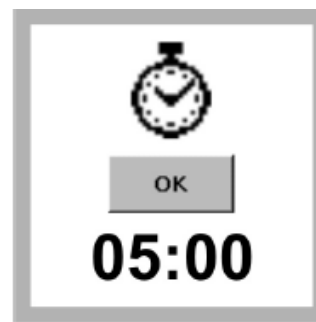


14. 计时时间结束后, 打开两个TN C 总氮C试剂管, 将2 mL样品消解液加入一个TN C 总氮C试剂管中, 将2 mL空白值消解液加入第二个TN C 总氮C试剂管中。



15. 盖上盖子并倒转试剂管10次以混合均匀。缓慢的小心的倒转试剂管。

此时接触管身温度应该是暖的。

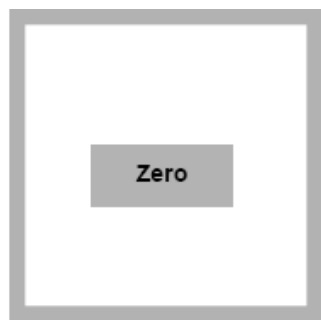


16. 启动仪器定时器。计时反应5分钟。

此时溶液的颜色应该变深。



17. 计时时间结束后, 将空白值的试剂管擦拭干净, 并将它放入16 mm圆形适配器中。

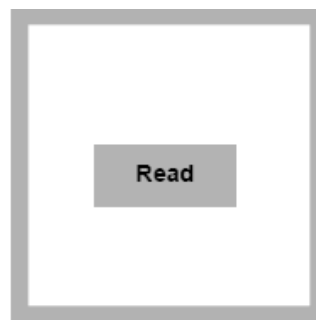


18. 按下“Zero(零)”键进行仪器调零。这时屏幕将显示: 0.0 mg/L N



19. 将装有样品的试剂管擦拭干净, 并将它放入16 mm圆形适配器中。

**注意:** 仪器用空白值调零后可以进行同一组的多个样品的测试。



20. 按下“Read(读数)”键读取总氮含量, 结果以mg/L N为单位。

### 比色法的空白值测定

空白值试剂最长可以保存7天, 在此期间可以用此空白值测定同组的多个样品。将空白值保存在阴暗处, 温度保持在室温(18 – 25 °C)。如果一周内, 空白值试剂出现少量的白色絮凝物, 请舍弃这个并重新配制新的空白值试剂。

## 干扰物质

下表 **非干扰物质** 中所列的干扰物在所列的抗干扰浓度水平(mg/L)下对本测试不产生干扰。能够产生±10%测试误差的干扰物质列在 **干扰物质** 表中。

表2 非干扰物质

干扰成分	抗干扰水平
钡	2.6 mg/L mg/L
钙	300 mg/L
三价铬离子	0.5 mg/L
铁	2 mg/L
铅	6.6 µg/L
镁	500 mg/L
有机碳	150 mg/L
pH值	13
磷	100 mg/L
硅	150 mg/L
银	0.9 mg/L
锡	1.5 mg/L

表3 干扰物质

干扰成分	抗干扰水平及处理方法
溴化物	> 60 mg/L, 产生正干扰
氯化物	> 1000 mg/L, 产生正干扰

本测试是用以下物质配制的氮标准溶液进行的，有95%的回收率。

- 氯化铵
- 硫酸铵
- 醋酸铵
- 尿素
- 氨基乙酸

用氯化铵或烟碱酸-PTSA的加标回收率，在生活污水进出水、替代污水(D5905 - 96)的ASTM标准物质中的加标回收率都≥95%。

在某些样品中含有的大量不含氮的有机物会因为消耗掉消解试剂中的过硫酸盐而降低了消解的效率。如果已知样品中含有较高浓度的这种有机物，应该稀释样品，提高消解效率后再重新进行测试。

## 样品的采集、保存与存储

- 样品采集时应使用清洁的玻璃或塑料容器。采样后立即分析得到的结果最可靠。
- 如果采样后不能立即进行分析测试，请使用硫酸(2mL浓硫酸/L水)将样品的pH值调整至2或者2以下以保存。
- 将样品置于4 °C (即39 °F)的条件下进行保存。样品最长可以保存28天。
- 测试分析前，请先将样品加热至室温，用5.0 N氢氧化钠溶液中和样品酸性，将样品的pH值调整至中性。
- 根据样品体积增加量修正测试结果。

## 准确度检查方法

本方法对于有机氮通常能够达到95 - 100%的回收率。本法用凯氏氮标准物质法进行准确度检查。

1. 配制以下三个溶液中的一个或多个溶液。每一种溶液的浓度都相当于25 mg/L N总氮标准溶液。用试剂组件中的去离子水或者不含有任何有机物或氮的水配制这些标准溶液。
  - a. 称取0.3379 g 的对甲苯磺酸铵Ammonium p-Toluenesulfonate (PTSA)，用去离子水将其溶解于1000 mL的容量瓶中，再用去离子水稀释至1000 mL刻度线。
  - b. 称取0.4416 g 的氨基乙酸对甲苯磺酸Glycine p-Toluenesulfonate (PTSA)，用去离子水将其溶解于1000 mL的容量瓶中，再用去离子水稀释至1000 mL刻度线。
  - c. 称取0.5274 g 的烟碱酸对甲苯磺酸Nicotinic p-Toluenesulfonate (PTSA)，用去离子水将其溶解于1000 mL的容量瓶中，再用去离子水稀释至1000 mL刻度线。
2. 用上述 **低量程过硫酸盐氧化法 (Test 'N Tube™ 管) 测试流程** 对标准溶液进行测定。用下面的公式计算回收率。更多详细信息请参见下面的表格 **回收率**。

$$\% \text{ 回收率} = \frac{\text{测得的浓度}}{25} \times 100$$

请参见下面的表格 **回收率**。

**表4 回收率**

标准物质名称	最低回收率%
对甲苯磺酸铵 Ammonium – PTSA	95 %
氨基乙酸对甲苯磺酸 Glycine – PTSA	95 %
烟碱酸对甲苯磺酸 Nicotinic – PTSA	95 %

分析测试过程中会发现，对甲苯磺酸铵 Ammonium – PTSA最难消解。其他的物质可能会产生不同的回收率。

### 标准加入法(加标法)

准确度检查所需的试剂与仪器：

- 氨氮标准溶液，浓度为1000 mg/L NH<sub>3</sub> – N
- 安瓿瓶开口器
- TenSette<sup>®</sup> 移液枪及配套的枪头
- 混合量筒，三个

1. 读取测试结果后，将装有样品的比色皿(尚未加入标准物质)留在仪器中。
2. 在仪器菜单中选择标准添加程序：

仪器型号	菜单选择
DR 5000	选项/ 更多/ 标准添加
DR 2800	选项/ 更多/ 标准添加
DR 2700	选项/ 更多/ 标准添加
DR/2500	选项/ 标准添加
DR/2400	选项/ 标准添加

3. 按“OK(好)”键确认标样浓度、样品体积和加标体积的默认值。按“EDIT(编辑程序)”键可以修改这些默认值。当这些值确认后，未加标的样品读数将显示在顶端的一行。更多详细信息请参见用户手册。
4. 打开浓度为1000 mg/L NH<sub>3</sub> – N的氨氮标准溶液。
5. 用TenSette<sup>®</sup> 移液枪准备三个加标样。将样品倒入三个混合量筒中，液面与10 mL刻度线平齐。使用TenSette<sup>®</sup> 移液枪分别向三个混合量筒中依次加入0.1 mL, 0.2 mL和0.3 mL的标准物质，混合均匀。
6. 从0.1 mL的加标样开始，按照上述 **低量程过硫酸盐氧化法 (Test ‘N Tube™ 管) 测试流程** 依次对三个加标样品进行测试。按“Read(读数)”键确认接受每一个加标样品的测试值。
7. 加标测试过程结束后，按“Graph(图表)”键将显示出根据加标数据计算得到的最佳拟合曲线，说明本底干扰的存在与否。按“Ideal Line(理想线条)”键将显示出样品加标与100%回收率的“理想线条”之间的关系。每个加标样都应该达到约100%的加标回收率。

### 标准溶液法

**注意：**具体的程序选择操作过程请参见用户操作手册。

所需的试剂与仪器设备：

- 氨氮标准溶液，浓度为10 mg/L

1. 用2mL浓度为10 mg/L的氨氮标准溶液代替样品按照上述 **低量程过硫酸盐氧化法 (Test ‘N Tube™ 管) 测试流程** 进行测试。
2. 用浓度为10 mg/L的氨氮标准溶液校准标准曲线，在仪器菜单中选择标准溶液校准程序：

仪器型号	菜单选择
DR 5000	选项/ 更多/ 标准调整
DR 2800	选项/ 更多/ 标准调整
DR 2700	选项/ 更多/ 标准调整
DR/2500	选项/ 标准调整
DR/2400	选项/ 标准调整

4. 打开标准调整界面，确认接受当前标准溶液浓度。如果使用了其他浓度的标准溶液，输入标准溶液的实际浓度，并确认用此溶液浓度校准标准曲线。

## 方法精确度

程序号	仪器型号	标样浓度	精确度	灵敏度
			具有95%置信度的浓度区间	每0.010 Abs吸光度改变时的浓度变化
350	DR 5000	10 mg/L NH <sub>3</sub> - N	9.6 - 10.4 mg/L N	0.5 mg/L N
	DR 2800			
	DR 2700			
	DR/2500		9.0 - 11.0 mg/L N	0.5 mg/L N
	DR/2400			

## 方法解释

碱性的过硫酸盐消解过程把所有形式的氮都转化成为硝酸盐。消解结束后加入的偏亚硫酸氢钠用于去除卤素类氧化物质。然后硝酸盐与变色酸在强酸性环境下反应生成一种黄色配合物。测试结果是在波长为410 nm的可见光下读取的。

## 消耗品和替代品信息

### 需要用到的试剂

试剂名称及描述	单位	产品订货号
Test 'N Tube AmVer™ 管 低量程Total Nitrogen 试剂组件	50次测试	2672245

### 需要用到的仪器

仪器名称及描述	数量/每次测量	单位	产品订货号
DBR 200 消解器, 110 V, 15 × 16 mm	1	每次	LTV 082.53.40001
DBR 200 消解器, 220 V, 15 × 16 mm	1	每次	LTV 082.52.40001
小漏斗	1	每次	2584335
TenSette® 移液枪, 量程范围为1.0 - 10.0 mL	1	每次	1970010
与1970010 TenSette® 移液枪配套的枪头	2	50 /pkg	2199796
试管架	1 - 3	每次	1864100
手指护套	2	2 /pkg	1464702

### 推荐使用的标准样品

标准样品名称及描述	单位	产品订货号
氨氮标准溶液, 浓度为1000 mg/L NH <sub>3</sub> - N	1 L	2354153
氨氮标准溶液, 浓度为10 mg/L NH <sub>3</sub> - N	500 mL	15349
凯氏氮标准物质	3 组	2277800
无机废水标准溶液, 用于NH <sub>3</sub> - N、NO <sub>3</sub> - N、PO <sub>4</sub> 、COD、SO <sub>4</sub> 、TOC	500 mL	2833149
去离子水	500 mL	27249
不含有机物的水	500 mL	2641549

### 可选择的试剂与仪器

名称及描述	单位	产品订货号
分析天平, 最大称量范围80 g, 115 V	每次	2936701
带盖混合量筒, 50 mL	每次	2088641
容量瓶, A级, 1000 mL	每次	1457453
enSette® 移液枪, 量程范围为0.1 - 1.0 mL	每次	1970001
与TenSette® 移液枪19700-01配套的枪头	50 /pkg	2185696
与TenSette® 移液枪19700-01配套的枪头	1000 /pkg	2185628
与TenSette® 移液枪19700-10配套的枪头	250 /pkg	2199725
氢氧化钠标准溶液, 5 N	50 mL	245026
浓硫酸	500 mL	97949
2 mL PourRite® 安瓿瓶开口器	每次	2484600

名称及描述	单位	产品订货号
10 mL Voluette <sup>®</sup> 安瓿瓶开口器	每次	2196800
氨氮标准溶液, 浓度为1 mg/L NH <sub>3</sub> - N	500 mL	189149
氨氮标准溶液, 浓度为100 mg/L NH <sub>3</sub> - N	500 mL	2406549
氨氮PourRite <sup>®</sup> 安瓿瓶标准溶液, 2 mL, 浓度为50 mg/L	20 /pkg	1479120
氨氮Voluette <sup>®</sup> 安瓿瓶标准溶液, 10 mL, 浓度为10 mg/L	16 /pkg	1479110
氨氮Voluette <sup>®</sup> 安瓿瓶标准溶液, 10 mL, 浓度为150 mg/L	16 /pkg	2128410
氨氮Voluette <sup>®</sup> 安瓿瓶标准溶液, 10 mL, 浓度为160 mg/L	16 /pkg	2109110