

水杨酸-次氯酸盐测定水质中氨氮方法的研究

季刚 纪文强 张伶俐

青岛斯八达分析测试有限公司

DOI:10.32629/eep.v3i7.902

[摘要] 针对水杨酸-次氯酸盐紫外分光光度法测定水质氨氮试剂回收率低的现象,通过加入亚硝基铁氰化钠试剂和改变显色时间和测定温度对水质氨氮测定方法进行改进和优化。经对照实验研究了显色时间对该方法测定氨氮含量结果的影响,确定在35℃测定温度下,水杨酸-次氯酸盐分光光度法测定氨氮含量的最佳时间为20min,该方法显色时间范围宜控制在10-60min。水杨酸-次氯酸盐法测定稳定性高,水样加标回收试验,回收率达93.3%。

[关键词] 水杨酸-次氯酸盐法; 氨氮测定; 纳氏法; 显色时间; 稳定性

中图分类号: X830.2 **文献标识码:** C

水是生物最为重要的组成部分,是人类发展和繁衍的保障和基石,水质直接影响着人们的健康和生活品质。为了更好地防治日益严峻的水污染这一重要的环境问题,国家生态环境部以及各地相关部门出台了相关的法律法规和技术指标。氨氮是水体中的营养素,也是主要耗氧污染物,是水污染相关评定中的一项重要指标。自然地表水体和地下水体中,氨氮以游离氨(NH₃)和铵离子(NH₄⁺)的形式存在,这样的污染水体的氨氮称为水合氨,也称非离子氨。非离子氨会引起水体富营养化,毒害水生生物,危害生态环境。国家生态环境部已明确对氨氮污染严格控制,其主要的检测方法有纳氏测试法和水杨酸-次氯酸盐法。本文对水杨酸-次氯酸盐法的氨氮测定条件进行优化,基于温度对化学反应速度影响确定了检测温度,进而就显色时间对水杨酸-次氯酸盐法测定水中氨氮值的影响进行了分析,根据实验结果对水杨酸-次氯酸盐法的优缺点及适用范围进行了研究。

1 实验和方法

1.1 实验原理

实验原理基于在含亚硝基铁氰化钠的碱性介质中,氨离子可与水杨酸盐、次氯酸根发生反应生成蓝色化合物,根据化合物的含量与最大吸收波长下的吸光度

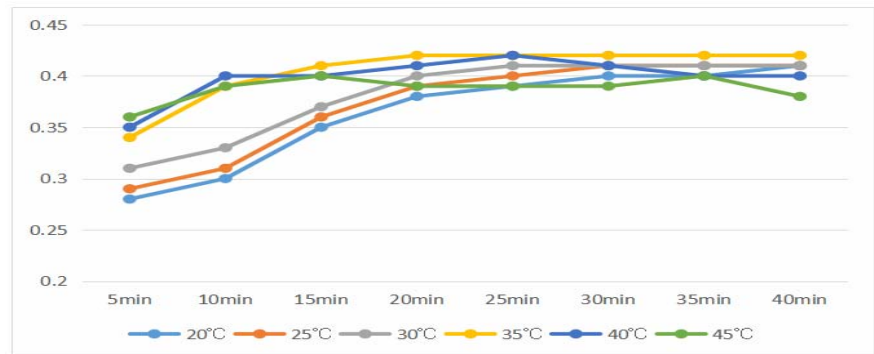


图1 不同温度下吸光度变化(0.4mg/L 氨氮标准溶液)

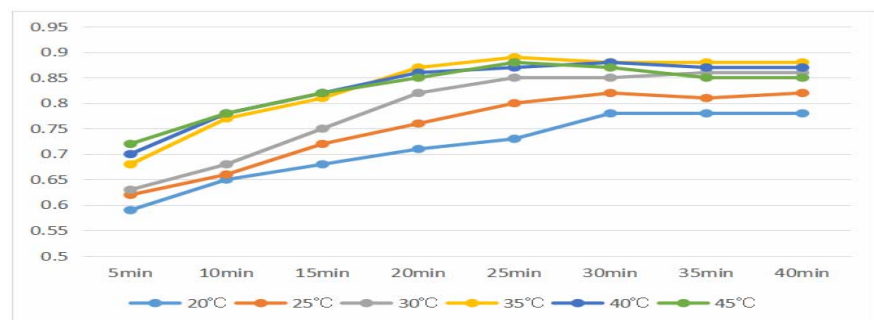


图2 不同温度下吸光度变化(0.8mg/L 氨氮标准溶液)

成正比的原则,在697nm处用分光光度计测量吸光度,计算出水中的氨氮含量。

1.2 实验方法

将待测水样进行精确定量,准确加入氧化剂、显色剂并混合均匀,以分光光度计测量不同显色时间的显色信号,得出氨氮浓度并进行对比。

1.3 实验器具

10mm比色皿可见分光光度计。比色管,容量瓶,移液管,烧杯等玻璃器皿。

1.4 实验试剂

亚硝基铁氰化钠(10g/L)。水杨酸-酒石酸钾钠溶液(水杨酸50g与酒石酸钾钠50g同160mL2mol/LNaOH溶液合并稀释至1000mL)。次氯酸钠溶液。1000mg/L氨氮标准溶液,并稀释成梯度浓度的氨

氮标准溶液。

2 结果与分析

2.1 反应温度对测定的影响

配制浓度0.4mg/L和0.8mg/L氨氮标准溶液,于20℃、25℃、30℃、35℃、40℃、45℃温度条件下反应,对反应后的溶液进行分析,记录吸光度,结果如下图所示:

根据实验结果分析可知,在20℃和25℃温度条件下,氨氮溶液与试剂反应所需的时间最长,不断提高实验温度,反应速度加快。反应温度达到35℃,基完成反应所需时间可控制在20min,并在吸光度达到最大值后在较长时间内保持稳定状态。反应温度达到45℃,吸光度随反应时间的增加而慢慢下降。出现这一问题的原因很有可能是由于实验温度升高,试液、试剂有效浓度发生改度。反应温度变高不仅并没有促进缩短反应时间的,也未增大吸光度值。

在本次实验中选择温度条件35℃,分析水杨酸-次氯酸盐法显色时间对实验结果的影响。

2.2 显色时间对测定结果的影响

配制浓度0.4mg/L和0.8mg/L氨氮标准溶液,实验温度设置为35℃。加入试剂后,开始观察,并记录加入试剂后的水样吸光度值的变化趋势。测量记录结果如下表所示:

表1 反应时间对吸光度的影响

反应时间/min	吸光度值 Abs	
	0.4mg/L 氨氮溶液	0.8mg/L 氨氮溶液
5	0.34	0.68
10	0.39	0.71
15	0.41	0.81
20	0.42	0.87
25	0.42	0.89
30	0.42	0.88

根据上表中的测定结果显示,加入试剂的10min内,吸光值增高,反应快速进行;10-20min,反应基本完成,吸光值平稳增加;20min后,反应完全完成,吸光值稳定不变。

根据实验结果,反应温度为35℃,采用水杨酸-次氯酸盐法测定水中氨氮时间设置应不少于15min。结合实际情况可将反应时间设置为20-30min。

3 结论

通过优化水杨酸-次氯酸盐法的测定条件,将预热温度、反应时间设定为35℃、20min,可使水杨酸-次氯酸盐法

测定水中氨氮含量灵敏度、精密度及回收率保持在最佳状态。利用该方法进行氨氮含量测定时,显色时间的设置应控制在20-30min范围内。水杨酸盐法在测定的灵敏度、精密度方面都维持了一个较高的水平,但由于受试剂存放时间的限制,使得该方法在回收率方面稍低一些。对饮用水和海水的氨氮测定都适合采用水杨酸-次氯酸盐法。

[参考文献]

- [1]阮小杏.污染源废水中氨氮的测定方法对比[J].环境,2012,(S1):165-166.
- [2]洪乙文.纳氏法和水杨酸盐法测定水中氨氮的比较[J].中外医学研究,2012,(15):43.
- [3]黄玲.水杨酸分光光度法测定水中氨氮的测量不确定度评定[J].广州化工,2013,(22):122-124+139.
- [4]王晓春.纳氏法和水杨酸盐法测定环境空气中氨的研究[J].山西科技,2017,(02):58-59.
- [5]郭晓颖.纳氏法和水杨酸盐法测定氨氮的对比[J].化工管理,2016,(29):229-230.