

浅析水质氨氮紫外分光光度法测定的影响因素

王秀梅

吉林省德惠市生态环境监测站

DOI:10.12238/eep.v5i2.1538

[摘要] 我国经过一个快速的工业发展阶段,目前进入了工业高质量发展阶段。过去的一段时间,我国生态环境为发展做出了牺牲,但是目前国家将发展提升了一个高度,也就更加注重生态环境的保护和修复。水环境的污染一直是一个痛点,因为我国是缺水的国家,因此加强水质监测的能力就成为重中之重,本文主要从水质中氨氮含量制作为切入点,分析其在紫外分光光度法测定中的影响因素。总结水质监测最常用的手段在实际的运用中,技术的不稳定因素和测定值不准确等问题。并对其影响的因素进行归纳分析,提出相对应的优化策略,以期提升测定的数值准确性。仅供相关人员参考。

[关键词] 水质氨氮测定; 影响因素及干扰因素去除; 注意事项

中图分类号: X824 文献标识码: A

Analysis on the Influencing Factors of Ultraviolet Spectrophotometric Determination of NH₃-N in Water Quality

Xiumei Wang

Jilin Dehui Ecological Environment Monitoring Station

[Abstract] In recent years, the pollution of water environment is relatively serious. The detection of NH₃-N content in water is an important means to judge the water quality. The samples contain suspended solids, metal ions such as residual chlorine, calcium and magnesium, inorganic ions such as sulfur, and organic compounds such as fatty amines, tsuen acetone and organic chloramines. Due to the interference caused by heterochromaticity or turbidity in the NH₃-N test of water quality, appropriate treatment should be done in the laboratory to eliminate the interference to the determination. In addition, NH₃-N mainly exists in water in the form of free ammonia (NH₃) or ammonium salt (NH₄⁺), and the composition ratio of the two depends on the pH value and the temperature of the water. When the pH value is high, the proportion of NH₃ is high. On the contrary, the proportion of NH₄⁺ is high, and the water temperature is the opposite. Based on this, this paper analyzes the interference factors and their elimination in the determination of NH₃-N by Nessler reagent spectrophotometry, which is for reference of relevant personnel.

[Key words] water quality NH₃-N determination; removal of influencing factors and interference factors; matters needing attention

在正常的水质中,检测其含氮值一般不高,因工业化发展进程在一个相对较短的时间内完成发展需要。那么势必对自然环境造成严重的影响。众所周知,水质的监测就是分析其氨氮含量是否达到富营养状态。而分光光度法测定是主要的技术手段,分析该技术的发展因素具有十分重要的意义的。目前在实验室的监测中,普遍采用的是紫外分光光度法,该方法具备一定的便捷性,

操作上也相对简单、灵敏度高等优点。但是在实际工作中,也时常出现空白吸光度角度,测量的精准密度和准确性不好的问题。为了解决这些影响检测结果的问题,要对其影响因素进行综合的分析,并提出相应的优化措施和意见,以有效提高水体总氨氮含量测定的精准性。

1 水质分析氨氮测定的影响因素分析

1.1 实验用水应严格按照标准执行

根据实验得知,在实验中采用的实验用水是影响测定结果的重要组成部分。研究表明在实验中采用重蒸无氨水、新鲜的去离子水,能够有效的保障空白实验的吸光度控制在0.03以内。

其中无氨水在制作中,需要每升加入浓硫酸0.10ML,在蒸馏器中重蒸馏时弃去初蒸馏液50ML,如果因时间或者其他因素限制,也可以采用新设备的去离子水。

1.2 器皿的质量和清洗

在进行实验中,需要相关的器皿,如果使用的器皿不符合标准,也会对检测的结果产生一定的影响。基于此,实验开始前,相关人员要确保实验器皿的状况符合实验标准。在必要的情况下,可以采用1+35的硫酸和1+9的盐酸浸泡比色管,将吸光度控制在0.015和0.013。这样能够保障比色管空白值稳定在0.03。浸泡过后要进行冲洗,冲洗次序为自来水冲洗后用无氨水冲洗。确保不因器皿问题影响检测结果。

1.3 实验环境

在进行氨氮分析时,实验室的环境是重要之中。要严格的按照相关技术标准进行环境控制,必须保障实验室的环境通风情况良好,环境中无氨无尘。也不能与会对氨氮实验起到影响的其他实验同时通空间内进行,例如:总氮实验、硝酸盐氮实验、亚硝酸盐氮等实验项目,避免相互之间产生影响。除此之外,实验所用的器皿和试剂等也应该建立专用制度,不能混用,起到防止污染的目的。

1.4 实验试剂和溶液的选择

第一,对于过硫酸钾试剂的选择,过硫酸钾的溶度对于实验的重要程度不言而喻,他会直接影响到空白值的高低,从而影响到检测的准确性。试剂的质量要确保,不然在测定总氮含量就会超过0.0045%,最终致使空白试验光度值的误差。根据研究表明,试剂的含氮量不会对实验真实的含氮量产生影响,但是不同的厂家再生产中的标示值不一,导致了试剂的含氮量是有所差别的,不能完全按照厂家标示值作为参考。因此,要保障实验数据的准确性,相关人员要对采用的过硫酸钾进行实验,达不到要求的可以提升纯度。

第二,对于氢氧化钾溶液的配制,采用25mL溶解8.0gNaOH,溶解后冷却至室温。在另外提取3.5.0gKI和5.0gHgI溶于水中,搅拌溶液时缓慢的加入25.0ml氢氧化钠溶液中,最后用水稀释到50ml。完成后用聚乙烯瓶存储,并最好密封放置暗处,注意该溶液的保质期最长为一年。

1.5 反应条件控制

①消解温度对实验的影响。再进行实

验中,消解对于溶液的分解至关重要,并影响溶液的颜色。根据实验总结,消解受到时间和时间的限制较为明显,所以要确保实验的时间和对于温度的掌控,让影响因素在可控的范围内,保障实验处于最佳的状态。根据实验表明,反应的温度控制在25° C,其显色最为明显,如温度5° C至15° C,其吸光度无明显改变,显色不完全。当温度30° C时,吸光度明显降低。因此,实验温度要控制在20-25° 之间。

②反应时间对实验的影响。跟实验得知,消解的反应时间在10分钟内时,其溶液的显色时不完全的。在10至30分钟内颜色逐渐进入稳定阶段。而30至45分钟内时,显色会逐步的加深。并在45-90分钟内出现减退现象。因此实验的时间要严格控制在10-30分钟内,并且尽快的进行比色操作,这样才能确保分析的精准性。

③反应体系的pH对实验也有影响。从氨氮的化学特性所知,OH的浓度会对其平衡产生影响。试验得知,水样PH的变化,对颜色的浓浅有明显的的作用。当PH值高时,其中的游离氨的占比就较高;相反PH值偏低时,则铵盐的占比较高。基于此,将溶液的PH值稳定在11.6-12.5之间,能够有效起到控制作用。

保障实验结果的准确性。此外,有研究表明,当PH值过低时,显色不完全,反之,溶液没浑浊。

1.6 空白试验值的控制

空白试验值,可以反映出实现过程中各因素对物质分析的综合影响。也会对试验的精准度产生影响。试验得知,空白试验值一般小于等于0.030吸光度。此外,试剂空白值高或实验用水中氨含量偏高,也会对其产生影响。

2 干扰及消除

在对水样进行检测时,除了必要的成分检测外,还需要对水样中其他物资进行分析,特别是废水样本。因为该种水质样本含有的物资较为复杂,干扰因素也就偏多,会影响到氨氮的比色测定。对于较为清洁的水质样本,可以采用絮凝沉淀法,但是如果样本是工业废水,就必须采用蒸馏法,确保去除干扰因素。

2.1 絮凝沉淀法

实验表明,水质样本的浑浊和颜色对影响氨氮比色测定的结果。所以,要对样本进行一定程度的处理,较为清洁使用絮凝沉淀法。该方法简单,使用比色管取100ML水样,在其中加入0.1至0.2M的125%氢氧化钠溶液,调节PH值在10.5进行混均,之后静止沉淀。用无氨水清洁的滤纸过滤,弃去初滤液20ml。为了提升效果可以利用离心机。

2.2 蒸馏法

在实际工作中,时常需要对工业废水或者污染较为严重的水样进行检测,这时需要利用蒸馏法消除干扰因素。常用方法为:

①蒸馏装置的处理,首先取250ML水样于器皿中,加入0.25g氢氧化镁,加热蒸馏至馏出液体不含氨氮,在弃去剩余的液体残留。

②分取水样250ML,如果氨氮含量高(可适量加水至250ML,氨氮含量不超出2.5mg),加入数滴溴百里酚蓝指示液,在用氢氧化钠或者盐酸溶液调至PH值至7。之后滴入0.25g氢氧化镁,在连接氮球和冷凝管。注意导管要插入吸收液面以下。在加热蒸馏至馏出液达200ML为止。

③采取滴定法或紫外分光光度法比色时,吸收液以50ML硼酸为最佳。

2.3 余氯

在实验中,我们常常遇到的废水中含一定量的余氯,从而导致了氨氮的测定值偏高,影响到了氨氮测定的精准性。测定方法,利用溶度超过1100ML/L的去离子水,余氯与氨氮会反映出新的物质滤胺,氯离子浓度越高影响就越大。基于此,实验前要测定水质样本的余氯值,并对其进行干扰处理。通常采用的方法是,在水质样本处理前,在样本中加入适量的溶度0.35%的硫代硫酸钠溶液,0.25mg的余氯需要0.5ml的硫代硫酸钠溶液。

3 氨氮测定实验注意事项

测定水质氨氮含量实验中大致需要注意四点注意事项:

(1)纳氏试剂中,要严格控制碘化汞和碘化钾的比例,以此调整显色反应的灵敏度,静止后生成出的沉淀物质应弃去。

(2)实验采用的过滤纸,通常都含有痕量铵盐,在使用时应对其进行处理,处理方法为无氨水冲洗。而实验使用的其他器皿,也应避免被实验空气中氨污染。

(3)分析时采用的试剂,应符合国家的相关标准的实验用无氨水,纯度较为良好的化学试剂,除非实验有其他的要求。

(4)在水质样本测定氨氮含量实验时,注意的细节有很多,很多的因素都可人为消除,操作人员一定要具备丰富的实验经验,严格按照要求去选择试剂、器皿和方法,也需要对一切实验所用器皿进行

符合要求的洗涤,防止交叉污染的同时,保障测定数据准确可靠,具备科学性。

4 结论

综上,在氨氮测定实验中,每一个环节和操作规范都要严格控制,要保持认真对待每项实验的操守,在试剂盒器皿的选择中,要严格按照实验要求是落实,避免一切影响因素对结果产生偏差。总之,氨氮测定要注重发现和消除各项影响因素,保证科学实验的严谨性,提升检测的精准性,逐步提升科学评价水质质量。

[参考文献]

[1]林颖.总铬分析方法的改进[J].重庆环境科学,2002(05):76-77.

[2]曹杰山,王晓慧,李国刚.水和废水中总氮的现场快速分析方法研究[J].环境监测管理与技术,2000(03):20-22.

[3]刘新梅.《水和废水监测分析方法》问题探讨[J].中国环境监测,1993(01):63-64.

作者简介:

王秀梅(1972--),女,汉族,吉林长春人,大学本科,工程师,研究方向:水质化验。

中国知网数据库简介:

CNKI介绍

国家知识基础设施(National Knowledge Infrastructure, NKI)的概念由世界银行《1998年度世界发展报告》提出。1999年3月,以全面打通知识生产、传播、扩散与利用各环节信息通道,打造支持全国各行业知识创新、学习和应用的交流合作平台为总目标,王明亮提出建设中国知识基础设施工程(China National Knowledge Infrastructure, CNKI),并被列为清华大学重点项目。

CNKI 1.0

CNKI 1.0是在建成《中国知识资源总库》基础工程后,从文献信息服务转向知识服务的一个重要转型。CNKI1.0目标是面向特定行业领域知识需求进行系统化和定制化知识组织,构建基于内容内在关联的“知网节”、并进行基于知识发现的知识元及其关联关系挖掘,代表了中国知网服务知识创新与知识学习、支持科学决策的产业战略发展方向。

CNKI 2.0

在CNKI1.0基本建成以后,中国知网充分总结近五年行业知识服务的经验教训,以全面应用大数据与人工智能技术打造知识创新服务业为新起点,CNKI工程跨入了2.0时代。CNKI 2.0目标是将CNKI 1.0基于公共知识整合提供的知识服务,深化到与各行业机构知识创新的过程与结果相结合,通过更为精准、系统、完备的显性管理,以及嵌入工作与学习具体过程的隐性知识管理,提供面向问题的知识服务和激发群体智慧的协同研究平台。其重要标志是建成“世界知识大数据(WKBD)”、建成各单位充分利用“世界知识大数据”进行内外脑协同创新、协同学习的知识基础设施(NKI)、启动“百行知识创新服务工程”、全方位服务中国世界一流科技期刊建设及共建“双一流数字图书馆”。