

水样中氨氮分析方法探讨

胡丽娟 郭苏平

河南省三门峡市环境监测站

DOI:10.18686/bd.v1i6.445

[摘要] 本文对水样中氨氮的实验室测定方法进行分析,以纳氏试剂光度法为例,针对不同的水样中对氨氮的含量进行测定。纳氏试剂分光光度法是目前国内外环境监测工作中普遍用以污染源监测和地表水例行监测的标准方法之一,该法技术成熟可信,具有操作简便、灵敏的优点,在实际测定实验当中,操作过程中的各种因素均会引起误差,进而影响测定结果,因此需要对一些关键影响因素引起注意。本文结合具体工作实际,总结归纳采用纳氏试剂光度法进行水质氨氮测定的实验方法与注意事项,为今后氨氮测定提供一些经验。

[关键词] 水样;氨氮;纳氏试剂法;分析研究

1 纳氏试剂法原理

纳氏试剂法原理为碘化汞和碘化钾的碱性溶液与氨反应生成淡红棕色胶态化合物,该颜色在波长为410-425nm下有强烈的吸收,从而实现水中氨氮的测定。水样中有悬浮物、余氯、钙镁等金属离子、硫化物和有机物时会产生干扰,当测定含有此类物质的污水时须作适当的前处理,以消

除其对测定结果的影响。

在实际工作中,有许多因素影响氨氮的监测结果,纳氏试剂光度法测定氨氮时应注意①首先要选购合格的试剂,试剂的正确配制决定着方法灵敏度,特别要掌握好纳氏试剂的配制要领。②对实验用水、试剂空白要严格控制,以降低空白值,提高实验精密度。③要控制反应温度、时间等在

最佳条件下进行,实验温度应控制在 $20\sim 25^{\circ}\text{C}$,显色时间应控制在 $10\sim 30$ 分钟以尽快的速度进行比色分析,这样可保证分析结果可靠性。在水中氨氮测定时,还应注意不要与硝酸盐氮、总硬度等分析项目同时进行,因为测试中有氨的挥发,纳氏试剂吸收空气中的氨而会导致测试结果偏高,测定过程中要注意显色剂和掩蔽剂的有效期,纳氏试剂配置后要储存于棕色塑料瓶中,用橡皮塞塞紧,在冰箱中保存,可稳定一个月,若出现浑浊和沉淀说明该试剂失效。酒石酸钾钠溶液对氨氮标准曲线有影响,存放时间和保存条件经多次试验得知,存放时间越长,在绘制氨氮标准曲线时,当加入显色液后容易出现浑浊,因此酒石酸钾钠溶液应在有效期内使用,当室内气温较高时,50%酒石酸钾钠溶液保存有效期为45天左右,将其溶液 $3\sim 5^{\circ}\text{C}$ 冷藏,可延长它的使用期限,有效期可达8个月。

2 注意事项

2.1 实验环境

2.1.1 环境清洁度

纳氏试剂比色法对环境清洁度的要求非常高,因为实验室环境对于测定结果的影响非常大,纳氏试剂比色法的实验室应该主要注意以下几点。

首先,不能有扬尘和铵盐类化合物;其次,需要有相对密闭的环境,不能过强通风;最后,不能与挥发酚、硝酸盐氮等分析项目同时进行,最好实验室分开。

2.1.2 温度

实验室温度和待测样品的温度影响纳氏试剂和氨氮的反应的速度,进而影响溶液体系的颜色,影响测定结果。通过实验我们可以发现,当温度在 $5^{\circ}\text{C}\sim 15^{\circ}\text{C}$ 之间时,因为吸光值偏低,所以显色不完全;当温度在 $20^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 之间时,溶液的显色较为完全,样品的吸光值变化很小;当温度在 30°C 以上时,吸光值衰减趋势明显,溶液很容易褪色。所以实验室温度和待测样品溶液的温度宜控制在 $20^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 之间,以确保分析的可靠性。

2.1.3 时间

在氨氮实验过程中,纳氏试剂比色法的应用具有多种优势,该方法操作简单,准确度高。在实验测定操作过程中,比色时间是很不稳定的,很容易受到各方面因素的影响,进而导致比色时间延后,因而要准确判断和确定显色时间范围。当常温状态的实验室环境温度下,如果显色时间过短,则此时显色往往不够完全,因为吸光度与显色时间有一定关系,会随着显色时间的增加而增加,所以如果显色时间超过10分钟,则这种情况下显色比较稳定、比较完全,吸光度已经达到最大值。所以测定水中氨氮时尽可能将显色时间在 $10\sim 30$ 分钟范围内,以20分钟为宜。

2.2 实验用品

2.2.1 实验器皿的洁净度

实验器皿的洁净度会直接影响水中氨氮的测定结果,因此高浓度样品使用过的器皿需要彻底清洗,必要时可用

淡盐酸浸泡。清洗干燥后不宜在空气中放置时间过长。氨氮测定的器皿需要单独存放,避免污染。

2.2.2 纳氏试剂

纳氏试剂的配制对于实验的结果影响较大,所以配制的时候一定要把握要领。纳氏试剂一般有两种配制方法,一种方法是用碘化汞、碘化钾和氢氧化钾配制,一种方法是用氯化汞、碘化钾和氢氧化钾配制,其中第一种方法的空白值较高,第二种方法则需要注意氯化汞的用量。除此之外,纳氏试剂的配制还需要注意碱液的温度,务必将碱液冷却到室温后才能缓缓加入氯化汞,否则容易析出大量沉淀,影响溶液质量,因此纳氏试剂的溶液需要提前配制。纳氏试剂毒性很强,故需注意使用。

2.2.3 无氨水

纳氏试剂比色法的实验用水需为无氨水,因为如果实验用水中含有氨,会影响测定结果,而且对照的空白实验结果也会受影响而偏高。蒸馏水或超纯水也可以替代无氨水。实验中所用的器皿需要密封保存,避免空气中的铵盐和氨的污染。

2.2.4 酒石酸钾钠

水中干扰本方法的金属离子主要是在碱性溶液中易水解产生沉淀的钙、镁等离子,加入酒石酸钾钠可掩蔽这些离子来消除干扰。又因为酒石酸钾钠中的铵盐含量较高,直接加热煮沸不能完全去除,会造成实验结果的偏差,所以需要用偏碱性的溶液进行再处理,可以使用纳氏试剂或者少量的碱,煮沸蒸发至50ml左右,冷却后再调配溶液至100ml,这样可以提高酒石酸钾钠的纯度。

2.2.5 中速滤纸

中速滤纸用来过滤水样,消除水样中沉淀物的干扰,在过滤的过程中,滤纸中原本带有铵盐或因为过滤而沾染铵盐对于实验结果都会造成干扰,所以中速滤纸需要用无氨水或蒸馏水进行充分洗涤,并且在实验过程中要多次洗涤,以消除影响。

2.3 水样自身

2.3.1 水样 pH 值

实验表明,水样的pH值对于实验结果即显色程度的影响非常显著,水样的pH值过小,即酸性增强,待测溶液不容易产生沉淀,无法消除干扰;水样pH过大,即碱性增强,尤其是高于11,会使溶液析出大量沉淀影响比色,所以在实验开始前,应该先对水样的pH值进行测定,为保证实验准确性,应调节水样的pH值在 $10\sim 11$ 之间。

2.3.2 水样浑浊度

水样浑浊代表其中有微小颗粒物,如果不进行处理会影响显色,所以水样浑浊需用经无氨水充分洗涤的滤纸来过滤可以排除悬浮物的干扰。该方法要做空白对照试验,排除滤纸的影响。

2.3.3 水样中的有机物

水样中存在大量的胺类有机物质,会影响纳氏试剂法

的测量结果,如甘氨酸等某些铵盐会与纳氏试剂反应呈现黄色干扰结果。所以取得水样后,需要进行蒸馏处理,将有机物质的干扰降至最低。其他醛类等有机物质与纳氏试剂也会反应产生淡黄色、淡绿色的反常色或浊度,在测定前可以在溶液较低的pH值时用煮沸法去除。

3 结语

采用纳氏试剂光度法进行水质内氨氮的测定影响因素

相当多,若要保证测得的结果更准确,在测定过程中需始终坚持严谨认真的工作态度,针对可能存在的影响因素,给予逐个分析研究后,选择正确的消除方法,进而增强环境水质监测工作水平。

参考文献:

[1]罗俊玲.纳氏试剂分光光度法测定水中氨氮的分析体系优化[D].西安:西北大学,2015.