

流动注射法测定水中氨氮

刘芳, 李俊

(上海市环境监测中心, 上海 200030)

中图分类号: O 657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2001)04-0033-01

1 原理

铵离子在碱性条件下以亚硝基铁氰化钠作催化剂, 利用二氯异三聚氰酸盐在碱性溶液中水解成的次氯酸离子和水杨酸盐生成蓝色产物。当反应带处于比色皿中时蠕动泵停止工作, 于690 nm波长处, 在指定的时间测定铵的浓度。

2 试验

2.1 主要仪器和试剂

PE-300 流动注射分析仪; 亚硝基铁氰化钠-水杨酸钠溶液(R1): 称取亚硝基铁氰化钠 0.1 g 和水杨酸钠 17 g 溶于 140 mL 水中, 定容至 200 mL, 临用时现配; 柠檬酸溶液(A): 称取柠檬酸水合物 14 g 溶于 120 mL 水中, 边搅拌边慢慢加入固态氢氧化钠 10 g, 冷却至室温后定容至 200 mL; 二氯异三聚氰酸盐溶液(B): 称取二氯异三聚氰酸盐 0.15 g 于 50 mL 容量瓶加水溶解, 稀释至标线, 临用时现配; 氧化试剂(R2): $R2 = 4A + B$; 10.0 mg/L 铵标准使用液。载流和试剂在使用前必须排除气泡, 可用超声波处理或真空膜过滤。

当被测样品铵含量很低时, 为防止容量瓶和其他玻璃器皿含有的痕量铵造成沾污, 可用 1 mol/L 氢氧化钾与乙醇混合液冲洗。

2.2 测定步骤

2.2.1 工作状态

氨氮测试流程见图 1。

2.2.2 校准曲线绘制

吸取铵标准使用液配成 0.05 mg/L ~ 2.50 mg/L 标准系列测定。结果表明在 0 mg/L ~ 2.5 mg/L 范围内有良好的线性关系, r 在 0.999 4 ~ 0.999 9 之间。

3 结果与讨论

3.1 精密度

对浓度为 1.00 mg/L 和 2.20 mg/L 样品进行多次测定, 相对标准差在 0.7% 以内。

3.2 检测限

用去离子水代替水样进行多次测定, 求得该方法的检测限为 0.005 mg/L。

3.3 加标回收率

对黄浦江上游松浦大桥取水点水样进行加标分析, 加标回收率在 98% ~ 103% 之间。

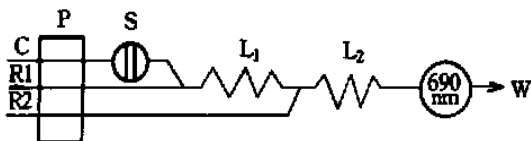
3.4 准确度

用国家标准物质——氨氮 0.506 mg/L \pm 0.044 mg/L 和 1.24 mg/L \pm 0.09 mg/L 进行测定, 测定值分别为 0.497 mg/L 和 1.24 mg/L, 均在标准物质的保证值范围内。

3.5 干扰

胺同样可产生反应, 得出高的结果。尿素和氯胺在浓度不超过 10 000 倍时不存在干扰。

上述试验结果表明, 方法灵敏度高, 检测限低, 干扰少, 精密度和准确度较好, 操作快速简便, 能满足大批量环境样品的分析。



P——蠕动泵; S——进样阀; L_1 ——线圈, 长 30 mm 内径 0.5 mm; L_2 ——线圈, 长 60 mm 内径 0.5 mm; W——废液; C——载流(去离子水); R1——亚硝基铁氰化钠-水杨酸钠溶液; R2——氧化试剂

图 1 氨氮测试的流动注射分析系统

收稿日期: 2000-07-18; 修订日期: 2001-03-21

第一作者简介: 刘芳(1972-), 女, 上海人, 工程师, 学士。