

监测技术 ·

纳氏试剂比色法测定海水中的氨氮

闫修花,王桂珍,陈迪军
(赣榆县环保局,江苏 赣榆 222100)

摘要:进行了用纳氏试剂比色法直接测定海水中氨氮的试验。试验表明,可用酒石酸钾钠溶液-氢氧化钠溶液作为掩蔽剂排除海水中钙、镁离子对测定的干扰。着重对氢氧化钠溶液用量、显色剂用量和显色时间进行了试验,以用 200 g/L 氢氧化钠溶液 2.5 mL,纳氏试剂 1.5 mL,显色 25 min 为最佳测定条件,并对水样中的盐度影响作了考察。氨氮质量浓度在 0.01 mg/L ~ 0.40 mg/L 范围内符合比耳定律,检出限为 0.01 mg/L;平行样相对偏差为 9%,加标回收率在 91% ~ 108% 之间;相对盐度为 10 ~ 32 的海水可以直接测定。

关键词:氨氮;纳氏试剂;比色法;海水

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2003)03-0021-03

To Detect $\text{NH}_3 - \text{N}$ in Sea Water by Nessler's Reagent Colorimetry

YAN Xiu-hua, WANG Gui-zhen, CHEN Di-jun
(Ganyu Environmental Bureau, Ganyu, Jiangsu 222100, China)

Abstract: Experiment was undertaken to detect $\text{NH}_3 - \text{N}$ in sea water by Nessler's reagent colorimetry. Result indicated that to take sodium potassium tartrate solution - NaOH solution as masking agent to reject the disturbance of Ca^{2+} and Mg^{2+} . The solution of NaOH's use was especially test, such as its amount, color reagent amount and color reaction time. Take 200 mg/L NaOH solution 2.5 mL and Nessler's reagent 1.5 mL, color reaction time was 25 min. When the concentration of $\text{NH}_3 - \text{N}$ was between 0.01 mg/L and 0.40 mg/L, detection limit was 0.01 mg/L. Parallel sample's relative deviation was 9%, sampling recovery rate was between 91% and 108%. It can directly detect sea water if its relative salt degree was 10 ~ 32.

Key words: $\text{NH}_3 - \text{N}$; Nessler's reagent; Colorimetry; Sea water

氨氮是海水及沿海养殖用水的一个重要的环境质量指标。对海水中氨氮的测定多采用次溴酸盐氧化法和靛酚蓝分光光度法^[1-3]。次溴酸盐氧化法不能用于污染较重、含有机物较多的养殖水体的测定,且操作繁琐;靛酚蓝分光光度法因反应时间长,不适用于受污染的海水及养殖海水中氨氮的快速测定。海水监测多为服务性监测,监测频率不高,常造成部分所配试剂浪费。纳氏试剂比色法是测定地表水中氨氮的一种经典方法,它之所以不适用于测定海水中的氨氮,是由于海水含有大量的钙、镁离子易与纳氏试剂发生反应,导致水样浑浊而干扰测定。如果能寻找一种有效的掩蔽剂去除海水中的干扰物质,则纳氏试剂比色法即可用于测定海水中的氨氮。今试验采用酒石酸钾钠-氢氧化

钠溶液为掩蔽剂以消除海水中钙、镁离子的干扰,取得了良好的效果,从而实现了用纳氏试剂比色法直接测定海水中的氨氮。

1 试验

1.1 主要仪器及试剂

723 型分光光度计。纳氏试剂,500 g/L 酒石酸钾钠溶液,10.0 mg/L 铵标准使用液,均按文献[1];200 g/L 氢氧化钠溶液;无氨海水:采集盐度与水样相近的海水,用 0.45 μm 滤膜过滤,加入少许无水碳酸钠使 pH 约为 10,加入同体积蒸馏水煮沸至原

收稿日期:2003-01-06;修订日期:2003-03-12

作者简介:闫修花(1968—),女,江苏赣榆人,工程师,学士,从事环境监测工作。

有体积,加几滴 1.2 mol/L 盐酸调节至 pH 约为 7,再在每升无氨海水中加三氯甲烷 1 mL,混匀,密闭贮于聚乙烯瓶中。

1.2 试验方法

1.2.1 校准曲线

吸取 10.0 mg/L 铵标准使用液 0.0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.60 mL、1.00 mL、1.40 mL、2.00 mL 于一组 50 mL 比色管中,用无氨海水稀释至刻度,加入 500 g/L 酒石酸钾钠溶液 1 mL,混匀。另取一组 100 mL 锥形瓶,先加 500 g/L 酒石酸钾钠溶液 1 mL,再加 200 g/L NaOH 溶液 2.5 mL,混匀。将比色管中的溶液缓缓倒入锥形瓶中,混匀,加入纳氏试剂 1.5 mL,混匀,静置 25 min,以空白溶液为参比,在波长 420 nm 处用 5 cm 比色皿测定吸光值,绘制校准曲线。

1.2.2 样品测定与计算

取经 0.45 μm 滤膜过滤后的适量水样于 50 mL 比色管中,用无氨海水稀释至刻度,加入 500 g/L 酒石酸钾钠溶液 1 mL,混匀。以下步骤同校准曲线绘制。

$$= m / V$$

式中: — 氨氮的质量浓度,mg/L;

m — 由校准曲线求得氨氮的含量,μg;

V — 所取水样体积,mL。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

吸取 10.0 mg/L 铵标准使用液 1.0 mL 于 50 mL 比色管中,按试验方法操作。用 5 cm 比色皿在波长 350 nm~470 nm 范围内绘制吸收曲线。吸收曲线与测定地表水时相似^[2],在 370 nm 处有最大吸收峰,考虑与地表水测定方法一致,选用 420 nm 作测定波长。

2.2 水样盐度和氢氧化钠溶液用量的选择

酒石酸根离子在溶液中掩蔽钙、镁等离子的能力与溶液中的酸碱度有关。溶液中氢氧离子浓度越高,酒石酸根络合能力也越强。同时,纳氏试剂的显色亦与氢氧化钠溶液量有关。

2.2.1 水样盐度对氢氧化钠溶液用量的影响

吸取 10.0 mg/L 铵标准使用液,用无氨水和无氨海水分别配制相对盐度为 0、5、10、15、20、25、32 (纯海水)的水样,各加入 200 g/L 氢氧化钠溶液 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL、

3.0 mL、3.5 mL 和 4.0 mL 进行显色,结果列表 1。试验表明,氢氧化钠溶液与酒石酸钾钠溶液对海水中钙、镁离子的掩蔽能力是有一定范围的。随着水样相对盐度的增高,氢氧化钠溶液的用量也要相应增加。若氢氧化钠溶液加入过多,则与纳氏试剂显色时易引起溶液浑浊。对于相对盐度 < 10 的淡水、海水混合水样可根据水样盐度的大小,最多加入 200 g/L 氨氮化钠溶液 1 mL 或不加氢氧化钠溶液,即直接用纳氏试剂测定地表水中氨氮法进行测定^[1],只是需将所加酒石酸钾钠溶液 1 mL 增至 2 mL 即可,这样便可以正常比色测定。对于相对盐度 > 10 的水样,需加入的氢氧化钠溶液的量有所不同,试验结果见表 1。由表 1 可知,在加入 200 g/L 氢氧化钠溶液 2.5 mL 时,对相对盐度 > 10 的水样皆可显色测定,故选用加入氢氧化钠溶液 2.5 mL 最为合适。

表 1 水样吸光值与氢氧化钠用量、相对盐度的关系

相对盐度	氢氧化钠用量 v /mL									
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	
0	0.205	0.206	0.206							
5	0.207	0.209	0.208	0.207						
10	0.209	0.207	0.208	0.208	0.208	0.206	0.207			
15		0.208	0.207	0.208	0.208	0.207	0.208	0.207		
20			0.206	0.208	0.208	0.208	0.208	0.206	0.206	
25				0.207	0.207	0.208	0.210	0.208	0.208	
32					0.209	0.206	0.208	0.207	0.210	

2.2.2 氢氧化钠溶液用量的影响

用相对盐度为 32 的水样加入不同量的 200 g/L 氢氧化钠溶液按测定步骤显色,结果见图 1。

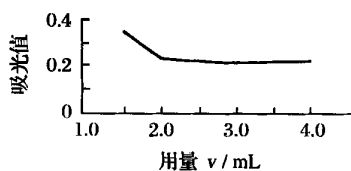


图 1 氢氧化钠溶液用量的影响

从图 1 可看出,当加入 200 g/L 氢氧化钠溶液 2.5 mL 时,吸光值趋于稳定,故选择加入 2.5 mL 为宜。

2.3 显色剂用量的选择

经显色发现,水样的吸光值与所加显色剂的用量有关。吸取铵标准使用液 2.0 mL 于 50 mL 比色管中,用相对盐度为 32 的无氨海水配制成试样,分

别加入纳氏试剂 0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.5 mL、2.0 mL 和 2.5 mL, 进行比色测定, 见图 2。结果表明, 纳氏试剂用量在 1.0 mL ~ 2.5 mL 时溶液显色已趋于稳定, 故选用加入纳氏试剂 1.5 mL。

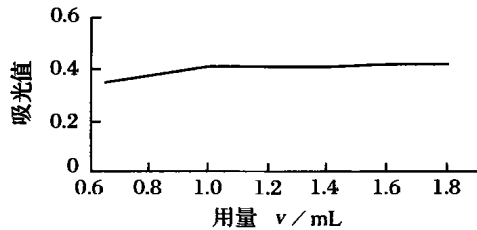


图 2 显色剂用量的影响

2.4 显色时间

在室温下, 试样(相对盐度为 32)加入显色剂后, 放置不同时间测定吸光值, 见图 3。

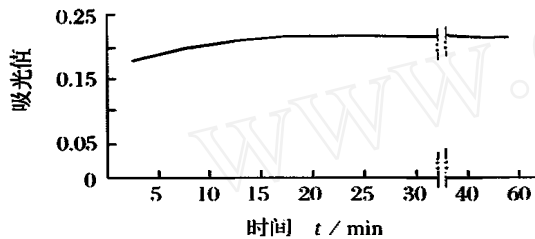


图 3 试样显色稳定性试验

从图 3 可以看出, 显色 25 min, 反应已经完全, 吸光值趋于稳定, 可稳定 2 h。

2.5 线性范围、检出限、精密度及加标回收率

试验结果表明, 海水中的氨氮在 0.01 mg/L ~ 0.40 mg/L 范围内符合比耳定律, 10 次校准曲线 b 值在 0.019 ~ 0.022 之间, $|a|$ 0.005, 为 0.999 0 ~ 0.999 6。检出限为 0.01 mg/L, 测定上限 0.40 mg/L。对 10 个海水样测定, 平行样相对偏差为 9%, 加标回收率为 91% ~ 108%。精密度、加标回收率皆符合要求。

试验结果表明, 以酒石酸钾钠—氢氧化钠溶液为掩蔽剂, 采用纳氏试剂比色法直接测定海水中的氨氮, 特别是养殖用海水中的氨氮, 方法操作简便, 灵敏度、稳定性、精密度和加标回收率均较好。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第 4 版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 279 - 281.
- [2] 《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南[M]. 上册, 北京: 中国环境科学出版社, 1990. 133 - 140.
- [3] 《海洋监测规范》编辑委员会. 海洋监测规范[M]. 北京: 海洋出版社, 1991. 265 - 270.

简讯

江苏省环保厅颁布《关于进一步加强建设项目环境影响评价现状监测管理的通知》

为进一步加强建设项目环境影响评价现状监测管理, 保证建设项目环境影响评价现状监测资料的准确性、可靠性、代表性和合法性, 解决环境现状监测数据来源混乱、数据失实等问题, 根据国家环保总局有关文件要求, 结合江苏省实际, 2003 年 4 月 21 日, 江苏省环保厅颁布了《关于进一步加强建设项目环境影响评价现状监测管理的通知》(苏环办[2003]15 号)。《通知》规定, 建设项目环境影响评价环境质量现状监测及回顾性评价监测实行分级管理; 建设项目环境影响评价的环境质量现状资料由审批该建设项目的环境保护行政主管部门的环境监测机构提供, 现状监测由审批该建设项目的环境保护行政主管部门的环境监测机构承担或组织承担; 建设项目环境影响报告书(表)须附审批该建设项目的环境保护行政主管部门的环境监测机构所出具的现状数据资料质量保证单; 承担建设项目环境影响评价现状监测任务的环境监测机构, 必须严格按环境保护行政主管部门审查同意后的《建设项目环境影响评价大纲》所确定的监测内容及时开展现状监测工作, 其采样频次、监测方法、质量保证等须符合国家有关技术规范的规定, 并对提供的监测数据的准确性和有效性负责; 违反《通知》规定的, 负责审批建设项目的环境保护行政主管部门不予批准该建设项目环境影响报告书(表)。

摘自江苏省环境监测中心《环境监测工作通讯》2003 年第 3 期