

环境水质氨氮的快速检测

邓金花¹, 吴清平¹, 廖富迎², 王奎兰²

(1. 广东省微生物研究所, 广东 广州 510070; 2. 广东环凯微生物科技有限公司, 广东 广州 510070)

摘要:采用全固体混合试剂, 将改进的水杨酸分光光度法应用于水质氨氮的测定。络合物的最大吸收波长为 697 nm, 表观摩尔吸光系数为 $2.00 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$, 氨氮质量浓度在 0.01 mg/L ~ 1.00 mg/L 之间符合比尔定律, 反应产物颜色在 3 h 内保持稳定, 常见的共存离子均不干扰测定, 混合试剂保存期长, 可用于环境水质氨氮的快速检测。

关键词:氨氮; 快速分析; 分光光度法; 水质

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2007)01-0033-02

氨氮是水质检测的重要项目之一, 可采用水杨酸分光光度法、纳氏试剂法、离子色谱法、毛细管电泳法、离子选择性电极 (ISE) 等^[1-3]测定。这些方法有的操作繁琐, 分析周期长, 液体试剂显色时间长而稳定时间短; 有的需要昂贵的仪器, 对操作人员专业技能要求较高, 只能在实验室内完成, 不能满足现场快速测定的要求。已见报道的直接测定水中氨氮的快速检测方法^[4-5]则存在着试剂保存期短或显色条件不易控制等问题。今研制出一种操作简便、储运方便、结果准确并适合于现场快速检测的水中氨氮快速检测试剂, 固体混合试剂在避光条件下至少可保存 1 年。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

S53 型紫外可见分光光度计, 上海棱光公司; PHS-3C 型酸度计, 上海雷磁仪器厂。

1.00 g/L 氨氮标准贮备液: 将 3.819 g 经 100 干燥恒重的氯化铵溶于水中, 定容至 1 000 mL, 存放于冰箱中; 1.00 mg/L 氨氮标准使用液: 由标准贮备液逐级稀释而成; 混合试剂 A: 将酒石酸钠、水杨酸钠、柠檬酸钠、亚硝基铁氰化钠充分研磨, 混合均匀, 分装成每包 0.1 g; 混合试剂 B: 将氢氧化钠、柠檬酸钠、二氯异氰尿酸钠、酒石酸钠充分研磨, 混合均匀, 分装成每包 0.1 g; 酒石酸钠、水杨酸钠、柠檬酸钠、亚硝基铁氰化钠、氢氧化钠、二氯异氰尿酸钠, 广州化学试剂厂; 配制试剂用水均为无氨水。

1.2 试验方法

准确移取氨氮标准使用液 0.00 mL、0.50 mL、

1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 10 mL 比色管中, 用水稀释至刻度, 配制成 0.00 mg/L ~ 1.00 mg/L 氨氮标准溶液系列。加入 0.1 g A 试剂, 摇匀放置 2 min 后, 加入 0.1 g B 试剂, 摇匀放置 10 min。以试剂空白作参比, 用 1 cm 比色皿在 697 nm 处测定吸光值。

2 结果与讨论

2.1 显色反应条件的选择

2.1.1 酸碱度的选择

分别配制氢氧化钠质量分数为 4%、6%、8%、10%、12%、15%、20% 的固体混合试剂 B 试验, 结果表明, 当氢氧化钠质量分数为 10% (pH 值为 11.50) 时, 体系的吸光值最大, 氢氧化钠质量分数再加大, 吸光值不再增加。因此, 选择氢氧化钠在混合试剂 B 中的质量分数为 10%。

2.1.2 温度的影响

选取 0.50 mg/L 氨氮标准溶液, 分别在 4、10、15、20、25、30、35 水浴条件下显色反应, 吸光值基本一致。说明该反应受温度影响较小, 可在室温下进行。

2.1.3 显色时间及体系的稳定性

加入混合试剂 B 放置 1 min、5 min、10 min、30 min、60 min、90 min、120 min、180 min、240 min 后, 分别测定体系的吸光值。结果表明, 10 min 后吸光值达到最大, 并在 10 min ~ 180 min 之间保持不变, 240 min 后吸光值升高 6%。故选择显色

收稿日期: 2006-03-28; 修订日期: 2006-12-18

作者简介: 邓金花 (1971—), 女, 广东英德人, 助理研究员, 大学, 从事水质快速检测技术研究工作。

10 min 后且在 3 h 内测定。

2.2 工作曲线

按试验方法测定 0.00 mg/L ~ 1.00 mg/L 氨氮标准溶液系列吸光值, 氨氮质量浓度在 0.01 mg/L ~ 1.00 mg/L 之间符合比尔定律, 工作曲线线性关系良好, 回归方程为 $y = 1.0135x - 0.01443$, 相关系数 $r = 0.9982$, 由此求得络合物的表观摩尔吸光系数 $\epsilon = 2.00 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

2.3 共存离子的影响

试验了多种外来离子对测定 0.50 mg/L 氨氮标准溶液的影响。当相对误差 $\pm 5\%$ 时, 以下共存离子不干扰测定: SO_4^{2-} (200 000 倍); Cl^-

(20 000 倍); Ca^{2+} 、 Mg^{2+} (1 000 倍); SiO_3^{2-} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{2+} (500 倍); Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 、 PO_4^{3-} 、 NO_3^- (200 倍); Cd^{2+} 、 Al^{3+} (100 倍)。故该方法有良好的选择性。

2.4 混合试剂的稳定性

将混合试剂 A 和 B 置于干燥处避光保存, 每月试验一次, 结果表明, 该混合试剂至少可稳定 1 年。

2.5 准确度与精密度

用该方法与国标法^[1]分别测定标准溶液, 结果见表 1。由表 1 可见, 两种方法测定结果基本一致, 表明该方法准确可靠。

表 1 两种方法测定结果对比 (n = 5)

| 方法 | 标液值 /(mg · L ⁻¹) | 测定值 / (mg · L ⁻¹) | | | | | 均值 /(mg · L ⁻¹) | RSD /% |
|-----|---------------------------------|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|--------------------------------|-----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | |
| 该方法 | 0.100 | 0.102 | 0.105 | 0.110 | 0.101 | 0.103 | 0.104 | 7.8 |
| 国标法 | 0.100 | 0.091 | 0.096 | 0.095 | 0.098 | 0.102 | 0.096 | 7.4 |
| 该方法 | 0.500 | 0.522 | 0.521 | 0.515 | 0.514 | 0.505 | 0.515 | 1.4 |
| 国标法 | 0.500 | 0.503 | 0.506 | 0.510 | 0.503 | 0.504 | 0.505 | 1.1 |

2.6 水样测定与加标回收试验

用该方法测定珠江河水、湖水和井水, 并作加标回收试验, 结果见表 2。

表 2 水样测定与加标回收试验结果

| 样品 | 本底质量 | 加标质量 | 加标后质量 | 回收率 |
|----|--------|--------|--------|------|
| | m / μg | m / μg | m / μg | % |
| 河水 | 1.24 | 1.25 | 2.46 | 97.6 |
| 湖水 | 2.84 | 3.00 | 5.68 | 94.7 |
| 井水 | 0.11 | 0.10 | 0.22 | 110 |

3 结论

固体试剂快速检测水中氨氮与国标法的测定结果相一致, 且具备以下特点: 快速简便, 国标法需要 3 h ~ 5 h 才能完成液体试剂的配制, 且显色稳定时间需 90 min, 而该方法仅需将已混合好的固体试剂 A、B 加入比色管, 10 min 后即可达到最大吸收并能稳定 3 h, 缩短了分析时间, 特别适用于突发污染事故应急监测及野外现场测试; 抗干扰能力强, 在一般的环境水质条件下基本无干扰, 可直接测定; 对操作人员专业技能要求不高, 非专业

人员可在短时间内掌握, 便于在基层推广使用。

氨氮快速检测试剂配合相应的比色卡、比色板或比色计, 可用于各种环境水质氨氮的现场快速检测。

[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]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002
- [2] ASADA T, OIKAWA K, KAWATA K. In chromatographic determination of ammonia in air using a sampling tube of porous carbon [J]. Analytical Sciences, 2004, 20 (1): 125 - 128.
- [3] 齐竹华, 刘克纳, 牟世芬. 离子色谱法测定海水中的铵离子 [J]. 环境化学, 2000, 19 (1): 79.
- [4] 闫修花, 王桂珍, 陈迪军. 纳氏试剂比色法测定海水中的氨氮 [J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15 (3): 23 - 25.
- [5] OKUMURA M, FUJINAGA K, SEIKE Y. A simple and rapid visual method for the determination of ammonia nitrogen in environmental waters using thymol [J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 1999, 365 (5): 467 - 469.

本栏目责任编辑 李文峻