

室内空气中氨的测定方法改进

王琳, 喇国静, 张建萍

(上海市环境监测中心, 上海 200030)

中图分类号: O 657.3

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2007)02-0056-01

氨在室内空气中是主要的污染物之一^[1-4], 氨的测定方法较多, 其中靛酚蓝分光光度法(GB/T 18204.25-2000)灵敏度高, 选择性好, 但操作较复杂, 为此对操作步骤中的温度和显色时间进行了改进。

1 实验

1.1 显色时间和温度

文献[5]指出, 对于用亚硝基铁氰化钠催化的反应, 在反应温度、发色时间和亚硝基铁氰化钠浓度间有一个复杂的内在联系。发色温度在 37℃ 时, 明显比室温(15℃~25℃)快, 为了获得稳定的最大吸光度, 需要增加时间, 但在亚硝基铁氰化钠催化的水杨酸体系中, 若在 100℃ 发色, 颜色会迅速消退, 而在 40℃ 左右, 显色 10 min~15 min 时, 能获得稳定的最大吸光度。为保证获得稳定的最大吸光度, 最终选择在 40℃ 下, 显色 15 min, 以 4.0 μg 氨标准溶液进行一系列试验的结果见图 1、图 2。

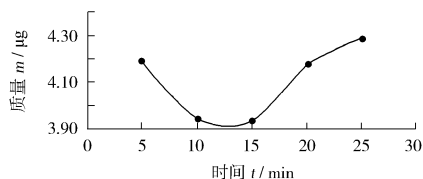


图 1 40℃ 下的显色结果

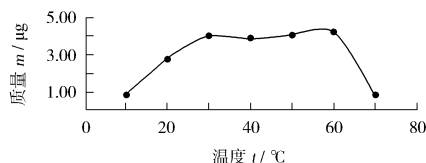


图 2 不同温度下显色 15 min

图 1 为 40℃ 时的显色结果, 显色时间超过 20 min, 溶液会混浊, 结果偏低; 30℃ 时显色不太稳定; 40℃~50℃ 时能获得稳定的吸光度, 因 40℃ 较接近室温, 温度容易控制, 故该实验选择 40℃ 水浴显色 15 min。

1.2 灵敏度

根据文献[6]计算方法检出限(MDL), 取 8 个含有 0.50 μg 氨的样品(内有 10 mL 吸收液)同时测定, 其 8 次重复测定的标准偏差(SD)为 $8.04 \times 10^{-3} \mu\text{g}$ 自由度($n-1$)为 7, 99% 置信度时的 t 值为 2.998, 则 $\text{MDL} = t_{(n-1, 0.99)} \times \text{SD} = 0.024 \mu\text{g}$, MDL 小于靛酚蓝分光光度法的方法检出限 0.1 mg/10 L, 表明改进后的方法完全满足要求。

1.3 精密度

同时测定 6 个不同含量的样品^[7], 当样品中氨的质量为 0.8 μg, 4.0 μg, 7.2 μg 时, 重复性标准偏差分别为 0.024 μg, 0.022 μg, 0.051 μg, 重复性相对标准偏差分别为 2.8%、0.56%、0.72%。

2 结果

参加对比试验的样品为两个不同地点的室内环境的实际样品, 分别用 A 法(靛酚蓝分光光度法)和 B 法(改进方法)测定 16 个样品, 结果见表 1。

由表 1 可见, A 法测得平均值 0.813 μg(地点 1)和 1.77 μg(地点 2), B 法测得平均值 0.857 μg(地点 1)和 1.83 μg(地点 2)。结果表明, A 法与 B 法的差的平均值分别为 -0.049 μg 和 -0.07 μg, 差的标准偏差都为 0.040 μg。对平均值进行 t 检验, 结果都证实两种方法测定结果之间无显著差异。

(下转第 59 页)

收稿日期: 2006-07-13 修订日期: 2007-01-13

作者简介: 王琳(1980-), 女, 上海人, 助理工程师, 大学, 从事环境监测工作。

表 2 总铬土壤样品的标准加入法工作曲线

编号	1	2	3	4	5	6
加标量 $\rho(\text{Cr}) / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
吸光值	0.0009	0.0449	0.0513	0.0570	0.0630	0.0676
回归曲线	$Y = 0.0566x$					
相关系数	0.9991					

表 3 土壤样品中总铬的分析结果 ($n = 3$)

样品	方法	均值	保证值	RSD
		$w / (\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	$w / (\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	%
标样 1	工作曲线法	56.1	57.2 ± 4.2	0.8
	标准加入法	58.0	57.2 ± 4.2	2.0
	原子吸收分光光度法	47.5	57.2 ± 4.2	12.0
标样 2	工作曲线法	74.2	75.9 ± 4.6	2.0
	标准加入法	76.2	75.9 ± 4.6	1.7
	原子吸收分光光度法	61.8	75.9 ± 4.6	13.0
标样 3	工作曲线法	103	98.0 ± 7.1	2.1
	标准加入法	95.8	98.0 ± 7.1	3.0
	原子吸收分光光度法	76.2	98.0 ± 7.1	11.0
样品 1	工作曲线法	72.3		1.4
	标准加入法	70.6		1.2
	原子吸收分光光度法	45.0		9.6
样品 2	工作曲线法	90.4		1.6
	标准加入法	87.1		1.4
	原子吸收分光光度法	57.6		9.2

3 结语

采用工作曲线法和标准加入法测定土壤中总铬, 准确度较高, 测定结果之间无显著性差异, 平行性好。而用原子吸收分光光度法消解样品需用硫酸, 增加了预处理时间, 并且还需在消解液中加入氯化铵作为助熔剂和增敏剂^[3], 操作繁琐, 分析结果不满意。

[参考文献]

- [1] 魏复盛, 齐文启. 原子吸收光谱及其在环境分析中的应用 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1988: 167-168.
- [2] 孙国明, 吴敏. 火焰原子吸收分光光度法测定底泥中铜铅镉镍铬的 10 种消解方法的比较 [J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(5): 32-33.
- [3] 刘荣臻. 火焰原子吸收分光光度法测定废水中的总铬 [J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12(1): 35.
- [4] 周世兴, 李辉, 张丽莉, 等. 标准加入法在原子吸收分光光度法中的应用 [J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(6): 41-43.
- [5] 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.

本栏目责任编辑 张启萍

(上接第 56 页)

表 1 室内样品中氨的测定结果比较

样品号	1		2		3		4		5		6		7		8	
	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2	地点 1	地点 2
A 法	0.736	1.79	0.650	2.27	0.682	1.70	0.618	1.70	0.919	2.50	1.06	1.23	0.618	1.25	1.22	1.69
B 法	0.815	1.84	0.804	2.10	0.750	1.74	0.707	1.87	0.945	2.67	0.978	1.26	0.815	1.42	1.08	1.79

3 结论

(1) 将靛酚蓝分光光度法中室温下显色 1 h 改为 40 °C 水浴中显色 15 min, 对方法的准确度、精密度的影响没有影响, 表明改进法可行, 不但结果可靠, 而且可缩短分析时间。

(2) 用改进方法和标准方法测定室内空气中的氨, 检验结果表明, 分析结果无显著性差异。

[参考文献]

- [1] 宋刚, 魏勇作, 张伯友, 等. 新建民用建筑工程室内环境污染调查 [J]. 环境监测管理与技术, 2005, 17(4): 23-25.
- [2] 封跃鹏, 张太生. 室内空气污染概述 [J]. 环境监测管理与技术, 2002, 14(3): 17-20.

- [3] 曾燕君, 苏行. 室内空气污染调查 [J]. 环境监测管理与技术, 2001, 13(6): 15-17.
- [4] 邢核, 李国刚. 综合评价室内空气质量初探 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18(2): 35-37.
- [5] 国家环境保护总局《空气和废气监测分析方法》编委会. 空气和废气监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2003: 160-164.
- [6] 国家环境保护总局《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: 141-149.
- [7] 《环境水质监测质量保证手册》编写组. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1994: 246-268.