

Research on the Influencing Factors and Countermeasures of Ammonia Nitrogen Determination in Surface Water

Ling Huang

Ecological Environment Monitoring Station of Hanjiang District Branch of Wuhan Ecological Environment Bureau, Wuhan, Hubei, 430021, China

Abstract

With the continuous development of social economy and industrial production, water and water pollution has attracted wide attention, among which the high content of ammonia nitrogen in surface water is particularly prominent. Although the technology of effective measurement of ammonia nitrogen content in surface water has been very mature, it is still affected by many factors in the actual measurement process, and it is difficult to ensure the accuracy of the measurement results. This paper carefully analyzes various factors affecting the determination of ammonia nitrogen in surface water, and puts forward several effective control countermeasures from scientific sample collection, sample pretreatment, reagent preparation, determination process control and other aspects for reference.

Keywords

surface water; determination of ammonia nitrogen; influencing factors; countermeasures

地表水中氨氮测定的影响因素及对策研究

黄玲

武汉市生态环境局汉江区分局生态环境监测站, 中国·湖北 武汉 430021

摘要

随着社会经济和工业生产的不断发展,水污染问题也引起人们广泛的关注,其中以地表水中氨氮含量过高尤为突出。尽管有效测定地表水中氨氮含量的技术已经发展得很成熟,但是在实际测定过程中依然会受到多种因素影响,难以保证测定结果准确性。论文细致分析了影响地表水中氨氮测定的各种因素,从科学采集样品、样品预处理、试剂配制、测定过程控制等方面入手,提出几点有效控制对策,以供参考。

关键词

地表水; 氨氮测定; 影响因素; 对策

1 引言

氨氮不仅是地表水监测中的一项重要内容,还是衡量水体质量的重要指标,因此对地表水中氨氮测定质量需要引起高度重视。然而在测定氨氮时,常常会受到采样、预处理、实验用水、试剂、pH值、放置时间等因素影响,导致氨氮测定结果准确性无法得到保障。要切实解决这一问题,就必须加强地表水氨氮测定影响因素研究与分析,并在氨氮测定工作中采取有效措施进行控制,以便得到更为准确的测定结果^[1]。

2 地表水中氨氮测定的影响因素分析

影响地表水中氨氮测定的因素主要包括:①采样。作

为地表水中氨氮测定的基础工作环节,将直接影响到氨氮测定结果的质量。然而在样品采集过程中,却出现没有按照相关规范科学设置监测点位和频率,按规范采集样品的情况。尤其是在单独采集测定氨氮样品、采集样品保存、留空白样等方面,还存在采样器皿事先清洗不足、未加入硫酸固定、样品放置时间过久等问题,这很容易导致测定结果出现较大偏差。②预处理。当样品存在干扰时,还需对水样实施预处理。实际操作过程容易受到水样浑浊度、色度、pH值、余氯、预处理方法选择等因素影响,从而影响最终的测定结果。如水样含有悬浮物、泥沙等杂质,不仅会导致水样浑浊,还会影响吸光度的测量,严重干扰氨氮测定及结果;水样存在余氯会直接与氨氮发生反应,生成氯胺等化合物,从而干扰氨氮的测定,需在测定前去除水样中的余氯;水样预处理方法有絮凝沉淀法、过滤法、蒸馏法等,使用不同方法操作有一定的差异,若出现不够科学规范的情况,也会影响到氨氮测定结果质量。③实验试剂。氨氮测定使用试剂多为分析

【作者简介】黄玲(1969-),女,中国广东梅州人,本科,副高级工程师,从事环境监测、环境污染治理和环境管理研究。

纯及以上试剂,如纳氏试剂、酒石酸钾钠等。在配制这些实验试剂时,若出现溶液未充分搅拌溶解、试剂稳定性不足、显色时间温度控制不够、试剂保存使用不合理等情况,也难以获得准确的测定结果^[2]。④测定方法。地表水中氨氮测定方法有很多,如分光光度法、气相分子吸收法、中和滴定法、离子色谱法等。对于不同方法其工作原理、操作方式、应用优点等有一定的差异,在测定地表水中的氨氮时,一旦出现测定方法种类了解不全、工作原理和操作程序把握不准等状况,也难以准确把握地表水中氨氮的实际含量。⑤过程控制。样品测定过程是控制氨氮测定结果质量的关键环节,然而在实际测定过程中,却经常因为样品未在规定时效内分析、仪器设备操作性能不佳、样品测定时未同时做标准样品和绘制标准曲线等,难以保证样品测定结果的准确性和精确度。

3 地表水中氨氮测定的有效对策探究

3.1 科学采集样品

为防止采样环节工作对地表水中氨氮测定带来不利的影响,就应该确保采样工作科学、合理和规范,具体包括:①使用恰当的容器。推荐使用玻璃瓶或塑料瓶来采集水样,避免使用金属容器,可能会与水样中的氨氮发生反应,影响测定结果。同时,在采样前,用盐酸、洗涤剂对采样器皿进行清洗,再用待测水样冲洗3次,去除任何可能残留的污染物。②选择合适采样点。采样点应设在具有代表性的位置,通常选择水流平稳、无急流、无死水区的河段。在布设采样断面时,还要考虑污染源的位置和排放情况,确保采样断面能捕捉到污染源对水质的影响。具体来说,当水深 $> 1\text{m}$,采样位置应在表层下 $1/4$ 深度处,水深 $< 1\text{m}$,采样位置应在水深 $1/2$ 处,确保采集水样能反映整个河流或湖泊的水质状况。另外,在采集水样过程中应避免搅动水体底部的沉积物,因为这些沉积物可能含有氨氮和其他干扰物质。③样品保存。对于采集的水样必须立即加盖,避免出现氨氮挥发的情况,要保持样品的真实性,还需在 24h 内进行测定。如果需要保存样品以便后续分析,应将水样酸化至 $\text{pH} < 2$,并在 $2^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 内保存,可延长样品保存期限 7d 。④留空白样。要消除实验过程中试剂、器皿、环境等因素带来的干扰,在样品采集时还要注意采集全程序空白样品。空白样品通常使用无氨水作为基质,在与实际样品相同的环境下采集,保证空白样品与实际样品在温度、湿度等环境因素上具有一致性。若实际样品采集过程添加了硫酸等保护剂,空白样也要添加相同种类和量的保护剂^[3]。

3.2 样品预处理

要减少地表水氨氮测定干扰,得到正确的结果,还要采取有效措施进行样品预处理,具体包括:①絮凝沉淀法。这种方法更加适合较清洁水样的预处理。操作时是通过在水样中加入适量的硫酸锌和氢氧化钠,使溶液呈碱性和生成氢

氧化锌沉淀,最后依托过滤程序去除颜色和浑浊。具体步骤是取 100mL 水样于容量瓶中,在加入 1mL 硫酸锌溶液和 $0.1\sim 0.2\text{mL}$ 氢氧化钠溶液到 100mL 蒸馏水中后,就能实现对 pH 值的有效调节,待混匀放置沉淀后,使用中速滤纸完成过滤,弃去初滤液 20mL 后分析。②蒸馏法。使用该方法对样品进行预处理,更加适合污染严重水样,通过预处理后将水样 pH 值控制在 $6.0\sim 7.4$ 范围,再加入适量氧化镁,使溶液呈微碱性,经过蒸馏释放出的氨会被吸收到硫酸中。这两种预处理方法的使用,都是为了将水样中的含氮物质转化为氨形式,从而更为准确地测定出氨氮的浓度。

3.3 试剂配制

纳氏试剂、酒石酸钾钠等的配制是地表水氨氮测定分析的重点内容,若出现试剂配制以及试剂质量不好的情况,就容易导致实验室空白吸光度值偏高的情况,无法保障低浓度样品的测定精度,因此要对试剂配制引起高度重视,具体包括:①纳氏试剂配制。目前地表水中氨氮测定使用的纳氏试剂包括商用纳氏试剂和实验室手工配制两种。商用纳氏试剂已经经过优化配制,可以直接进行使用,节省了大量的时间和精力。同时,商用纳氏试剂产品通常经过严格的质量控制,对于氯化汞、碘化汞也经过适当处理,确保了试剂的稳定性和可靠性,这对保证实验结果准确性至关重要。不过商用纳氏试剂具有显色不十分稳定、试剂不易保存、空白值高等的缺点,实际运用需要加强考虑。实验室手工配制可根据具体需求调整试剂的比例,以更好地适应实验条件,提高实验灵敏度。特别是在围绕实验环境和条件,对原料的纯度、配制的精确度等进行控制后,有助于确保纳氏试剂质量的稳定性,从而保证实验结果的可靠性和准确性。只不过实验室手工配制过程容易受到人为操作、实验环境等多方面因素影响,导致配制纳氏试剂质量和可靠性得不到保障。在实验室手工配制时,首先准备需要的氢氧化钠、碘化钾、碘化汞材料,比例为称取 16g 氢氧化钠,使之溶于 50mL 的水中,待充分冷却后,取 7g 碘化钾和 10g 碘化汞溶于水。配制时应将碘化钾和碘化汞的溶液在搅拌状态下,缓慢注入氢氧化钠溶液中,然后用水稀释至 100mL ,对于配制好的纳氏试剂须储存于聚乙烯瓶中。②酒石酸钾钠配制。考虑到市面上常用酒石酸钾钠都是分析纯,需要对其精制后才能用于地表水氨氮测定中。配制时应取 50g 酒石酸钾钠溶于 150mL 实验用水中,再加入 2mL 氢氧化钠溶液加热煮沸蒸发至溶液 90mL 左右后,快速冷却定容至 100mL 。另外,为保证配制试剂达到方法要求,还可用精制和未精制试剂做空白实验,若试剂空白吸光度 ≤ 0.030 (10mm 比色皿进行测量),表明配制试剂能达到方法要求。表1是选取酒石酸钾钠作为掩蔽剂,用比色管各取4个 50mL 蒸馏水做空白实验,得到的测定空白样品吸光度结果。

表1 精制和未精制酒石酸钾钠测试剂空白值

| 编号 | 精制吸光度 | 平均吸光度 | 编号 | 未精制吸光度 | 平均吸光度 |
|----|-------|-------|----|--------|-------|
| 1 | 0.013 | 0.012 | 1 | 0.020 | 0.024 |
| 2 | 0.012 | | 2 | 0.024 | |
| 3 | 0.011 | | 3 | 0.025 | |
| 4 | 0.012 | | 4 | 0.025 | |

3.4 选择合适方法

地表水中氨氮测定可采用方法较多,应结合实际选择合适方法进行运用,以保证测定结果质量,具体包括:①分光光度法。纳氏试剂分光光度法应用已经十分成熟,实际工作是基于碘化汞和碘化钾的碱性溶液与氨发生反应,所生成的淡黄棕色胶态化合物,其色度与氨氮含量成正比,通常会在波长410~425nm范围内测其吸光度,实现对氨氮含量的有效计算。②电极法。使用该方法测定地表水中的氨氮,最为突出的优点是不需要对水样进行预处理,可直接将电极放入水中进行测定,在饮用水、地表水等测定中较为适用。具体操作会在水样中加入强碱溶液,将pH值提高到11以上时,铵盐转化为氨,所生成的氨由于扩散作用,通过半透膜,使氯化铵电解质薄膜层内的氮反应向左移动,引起氢离子浓度的改变,最后在恒定离子强度下,测得的电动势与水样中氨氮浓度的对数呈一定线性关系,可从测得的电位值确定样品中氨氮的含量。③气相分子吸收法。这一方法的使用要将水样中的氨氮转化为气体分子,通过测量其对特定光谱的吸收程度,实现对氨氮含量的有效确定。具体操作时要确保水样中的氨氮以游离态的氨或铵离子形式存在,在2%~3%酸性介质中加入无水乙醇煮沸去除可能干扰物质,再使用次溴酸盐氧化剂将氨及铵盐氧化成等量的亚硝酸盐,最后将转化后的样品通过气相分子吸收光谱法进行测定,根据测量其对特征光谱的吸收程度。计算出原始水样中的氨氮含量。

3.5 测定过程控制

在氨氮测定过程,任何因素都可能引发误差,要确保氨氮测定精度与准确,必须采取措施对测定过程进行有效控制,具体包括:①全过程空白样品测定。为消除从样品采集开始的整个分析过程对实验的影响,就可通过全过程空白样

品的测定,确保测试结果的准确性。实际作业时,可将实验室空白和现场空白测定结合起来,在对比分析中科学判断实验室环境和采样过程中是否存在污染,从而保证测定结果的可靠性。②样品测定时同时作为标准样品。在准备待测水样和标准样品时,水样应当代表性地收集需要测试的地表水体,标准样品则是已知氨氮浓度的溶液,用于校准测量仪器或方法。测定过程将标准样品和水样按照相同步骤进行处理,在确保测试条件一致性后,对标准样品和水样的吸光度进行测量,最后通过比较分析得到吸光度与已知浓度标准样品的吸光度,由此计算出水样中的氨氮浓度。③定期检测绘制标准曲线。地表水中氨氮样品测定时,定期检测绘制标准曲线,需要选择已知浓度的氨氮标准溶液作为基准,并根据需要测定的氨氮浓度范围,通过稀释已知浓度的氨氮标准品,配制一系列浓度梯度的标准溶液。最后在特定方法和条件下,分别测定和记录每个标准溶液的吸光度值,通过将测得的吸光度值作为纵坐标,对应氨氮浓度作为横坐标,使用专业绘图软件绘制标准曲线图,将验证样品的吸光度值代入标准曲线方程中,计算出氨氮浓度和与已知浓度进行比较,确保氨氮测定的精度。

4 结语

地表水中的氨氮测定,容易受到诸多因素影响,导致测定结果准确性难以得到保证。为更好解决这一问题,减少地表水中氨氮测定干扰,提高氨氮测定结果精密度和准确度,就必须对选择合适采样点、规范采样操作、加强样品预处理、实验试剂科学配制、全过程空白样品测定、绘制标准曲线等内容加强关注,在深化落实好这些工作中,促进地表水氨氮测定工作顺利完成,所得结果准确性和精度也能得到保障。

参考文献

- [1] 刘永华.测定地表水中氨氮影响因素的探讨[J].水资源开发与管理,2021(3):51-55+59.
- [2] 章日蕾.地表水中氨氮监测的质量控制策略[J].山西化工,2022,42(9):190-191.
- [3] 宋庆伟.测定地表水中氨氮的两种方法对比研究[J].绿色科技,2023,25(6):164-166+171.