

酒石酸钾钠对氨氮监测分析空白值的影响因素探讨

张转维^{1,2}, 罗文瑞²

(1.煤矿生态环境保护国家工程实验室,安徽 淮南 232001;2.淮南矿业集团,安徽 淮南 232001)

摘要:通过一定的实验比对研究,总结了在氨氮检测分析时酒石酸钾钠对检测空白值的影响因素,得出了酒石酸钾钠的配制方法及保存办法。

关键词:氨氮;酒石酸钾钠;空白值;影响因素

中图分类号:O65

文献标识码:A

文章编号:1006-8759(2016)03-02

DISCUSSION ABOUT THE INFLUENCE FACTORS OF THE BLANK VALUE OF SEIGNETTE SALT IN THE MONITORING AND ANALYSIS OF AMMONIA NITROGEN

ZHANG Zhuo-wei^{1,2}, LUO Wen-rui²

(1.National Engineering Laboratory for protection of coal mine eco-environment, huainan 232001 China;2.Huainan Mining Group Corporation limited, Huainan 232001, Chian)

Abstract:Through some experimental comparison,The influence factors of the value of potassium sodium salt in the monitoring of ammonia nitrogen were summarized,The preparation method and the preservation method of Seignette salt were obtained.

Key words: ammonia nitrogen; Seignette salt; the blank value; influence factors

纳氏试剂分光光度法是氨氮检测最常用的方法之一,用此方法检测时,酒石酸钾钠和纳氏试剂是必须的两种试剂。酒石酸钾钠在检测中起到掩蔽剂的作用,消除金属离子的干扰。纳氏试剂起显色剂的作用。在日常的分析过程中,大家往往特别注意和重视纳氏试剂对这个检测过程的影响而忽略了酒石酸钾钠的影响,本人通过不断的实验和研究,发现并总结了酒石酸钾钠对氨氮检测空白的影响。

1 实验部分

1.1 实验仪器

UNICO2000 型可见分光光度计

1.2 实验试剂

(1)纳氏试剂:称取 16 g 氢氧化钠,溶于 50 ml 水中,冷却至室温;称取 7 g 碘化钾和 10 g 碘化汞,溶于水中,让后将此溶液在搅拌下徐徐注入上述 50 ml 氢氧化钠溶液中,用水稀释至 100 ml。(2)酒石酸钾钠:称取 50 g 酒石酸钾钠溶于 100 ml 水中,加热煮沸以除去氨,冷却后定容至 100 ml。(3)实验用水为重庆艾科浦纯水机制水。

1.3 实验步骤

每次试验取 4 个 50 ml 比色管,加入刚制备的纯水至标线,分别依次加入 1.0 ml 酒石酸钾钠和 1.0 ml 纳氏试剂,混匀,放置 10 min 后,在波长 420 nm 处,用 10 mm 比色皿,以水做参比,测量吸光度。

2 影响因素分析

收稿日期:2015-11-11

第一作者简介:张转维,1981 年生,大学本科,从事煤矿环境保护及监测工作。

2.1 试剂配制对空白值的影响

按照 HJ/T535-2009 中给出的酒石酸钾钠配置方法:称取 50 g 酒石酸钾钠溶于水,加热煮沸以除去氨,冷却定容至 100 ml。本方法并未明确指出加热煮沸的具体程度,本人根据多次实验发现,如果在配置此试剂的过程中,刚刚煮沸就停止加热的话,会导致氨氮空白值偏高,如果加热的过程延长至蒸发掉所配试剂 20% 左右或者沸腾 8 分钟左右,然后冷却定容,用此试剂所做空白值低并可以达到标准要求。

2.2 保存条件对空白值的影响

温度的影响:将配制好的酒石酸钾钠一部分贮存在室温中,一部分储存在冰箱内,放置一段时间后,氨氮空白值检测结果如下:

	实验室日常温度	保存于冰箱的吸光值	保存于室温的吸光值
第一组	8-12 度	0.022	0.021
		0.022	0.022
第二组	10-15 度	0.023	0.023
		0.022	0.023
第三组	15-25 度	0.026	0.026
		0.026	0.25
第四组	27-32 度	0.024	0.028
		0.023	0.028
第五组	30-41 度	0.021	0.045
		0.022	0.046
第六组	30-38 度	0.023	0.038
		0.023	0.036

比对发现,在实验室温度低于 30 度时,用存于室温和冰箱里的两种试剂所做空白吸光度值基本一致,均在 0.030 以下,能够满足实验要求。但是在炎热的夏季,实验室温度超过 30 度时,两种存放条件所做空白值有一定的差异,放室温的明显偏高,不满足实验要求。

光照的影响:将配置好的酒石酸钾钠一部分贮存在棕色玻璃瓶,一部分储存在白色玻璃瓶内,

(上接第 59 页)

率水平波动范围内。且通过计算可知在正常工作情况下,辐射工作人员和公众所受的附加年有效剂量均远低于相应的辐射剂量管理限值,符合《电离辐射防护与辐射源安全基本标准》(GB18871-2002)的要求,表明从事这些工作的辐射工作人员和公众成员基本不会受到额外的辐射剂量照射,所接受的附加年有效剂量可忽略不计。

并在室温中放置了 20 天,通过实验比对结果如下:

	实验室日常温度	白色瓶的空白吸光度	棕色瓶的空白吸光度
第一组	15-20 度	0.035	0.026
		0.036	0.026
第二组	30-35 度	0.042	0.033
		0.043	0.032
第三组	30-41 度	0.045	0.033
		0.044	0.034
第四组	28-38 度	0.045	0.033
		0.046	0.033

由此可见,酒石酸钾钠在室温中如果受到阳光照射,无论温度高低均会对空白值产生一定的影响,温度高时产生的影响更大。

3 小结

空白试验值反应了测试仪器的噪声,试剂中的杂质、环境及操作过程中的玷污等因素对样品测定产生的综合影响,直接关系到测定结果的最终准确性,空白试验值低,数据离散程度小,分析结果的精度高。通过以上数据,可以总结得到,在做氨氮检测分析时,酒石酸钾钠的配制和保存均对空白值有一定的影响。配制试剂时一定要将酒石酸钾钠进行煮沸,并沸腾一定时间,使酒石酸钾钠中的氨全部除尽;在保存酒石酸钾钠时,如果实验室的温度超过 30 度,则需将试剂存于冰箱,或者存放在棕色玻璃瓶中,但是存放时间不宜超过一个月,如果温度在 30 度以下,但存放地点长时间有阳光照射,则需将其保存在棕色玻璃瓶中。

参考文献

- [1] HJ535-2009 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法;
- [2] 水和废水监测分析方法.中国环境科学出版社.第四版.增补版.2004.

但表 3 监测结果显示的在曝光状态与关机状态所测得剂量率水平未有明显变化也有可能是因为实验中采用的 X-γ 剂量率仪比较适合测量稳定天然辐射场,而射线装置产生的辐射场却是脉冲瞬变场或高能场,这种由仪器选型上的不匹配所导致的监测数据偏小。最终可能导致环境监测

(下转第 56 页)