

气相分子吸收光谱法测定印染废水中的氨氮

徐运,肖国起

(宁波环境监测中心,浙江 宁波 315012)

摘要: 本文用气相分子吸收光谱法测定印染废水中的氨氮。气相分子吸收光谱法应用国内的气相分子吸收光谱仪测定印染废水中氨氮,与纳氏试剂法相比较,该方法快捷简单、受干扰小、分析精度高。

关键词: 气相分子吸收光谱法; 印染废水; 氨氮

中图分类号: O657.71 文献标识码: A 文章编号: 1009-8143(2011)06-0039-02

Determination of Ammonia-nitrogen in the Dyeing Wastewater by the Gas-phase Molecular Absorption Spectrometry

Xu Yun, Xiao Guo-qi

(Ningbo Environmental Monitoring Center, Ningbo Zhejiang, 315012, China)

Abstract: This paper introduced the gas-phase molecular absorption spectrometry for the ammonia-nitrogen in the dyeing wastewater. The gas-phase molecular absorption spectrometry applied the gas-phase molecular absorption spectrophotometer device to analyze the ammonia-nitrogen in the dyeing wastewater. Compared with the Nesster's reagent colorimetric method, this method was fast, simple, less-disturbance and highly perceptive.

Keywords: Gas-phase molecular absorption spectrometry; Dyeing wastewater; Ammonia-nitrogen

由于氨氮即将作为下一阶段的减排指标,需要监测部门准确、快速的测定氨氮的含量,为执法部门及时的提供执法依据。国家标准测定氨氮的化学方法最常见的是纳氏试剂比色法。此方法中纳氏试剂配制较为复杂,所用的试剂中含有有毒化合物,会对环境造成二次污染;同时废水中颜色及浊度等干扰测定,需做相应的预处理,操作繁琐复杂^[1]。对色度和浊度较高的印染废水,经絮凝沉淀法预处理^[2],用纳氏试剂法测定废水中的氨氮时,仍受色度的干扰。

气相分子吸收光谱法操作简便、测试快捷、抗干扰能力强、技术先进,此种分析技术在国内发展成熟,已有相应的国家标准^[3],在国内也有了一定范围的应用。本文应用国产的气相分子吸收光谱仪,对印染废水中的氨氮进行测定,并同纳氏试剂法相比较。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

GM A 3202 气相分子吸收光谱仪,上海北裕环保科技有限公司;仪器参数: 钨灯,灯电流: 2.5--3.5mA;工作波长 213.9nm;狭缝 1.0;输入氮气压力为 0.2MPa,测量方式 峰高。

1.2 试剂

- 1.2.1 盐酸(1:1 体积比);
- 1.2.2 25% (v/v) 盐酸 + 30% 乙醇混合溶液;
- 1.2.3 硫酸(1:3 体积比);
- 1.2.4 无水乙醇,分析纯;
- 1.2.5 氢氧化钠溶液 40%;
- 1.2.6 溴酸盐混合液 称取 2.81g 溴酸钾(KBrO₃)及 20g 溴化钾(KBr),溶解于 500mL 水中,摇匀,贮存

收稿日期 2011-6-23

作者简介 徐运(1978~),女,高级工程师,从事环境监测工作。E-mail: jczhxs@163.com

于玻璃瓶中。此溶液为贮备液,常年稳定。

1.2.7 次溴酸盐氧化剂:吸取 4.5m l 溴酸盐混合液于棕色磨口试剂瓶中,加入 50m l 水及 9.0m l 盐酸(1+1),立即密塞,切勿摇匀,直接暗处放置 5m in 即可。到时间后,加入配置好的 150m l 氢氧化钠溶液(40%),待小气泡逸尽再使用,使用前充分摇匀。该试剂临用时配制,需在 2h 内使用;

1.2.8 纳氏试剂;

1.2.9 酒石酸钾钠。

1.3 实验步骤

1.3.1 不同取样量对纳氏试剂法测定氨氮浓度的影响

印染废水在用纳氏试剂比色法测定氨氮时,存在浊度和色度的干扰,经过絮凝沉淀预处理,仍存在色度的干扰。不同取样量下,实验结果见表 1。

1.3.2 不同取样量对气相分子吸收光谱法测定氨氮浓度的影响

印染废水用气相分子吸收光谱法测定氨氮时,不需预处理,可直接测定。不同取样量下,实验结果见表 2。

表1 不同取样量对纳氏试剂法测定氨氮浓度的影响

取样量(m l)	平均值(mg/L)	标准偏差	相对标准偏差(%)
5	12.9	0.153	1.19
2	12.2	0.361	2.96
1	11.4	0.351	3.07

表1 不同取样量对纳氏试剂法测定氨氮浓度的影响

取样量(m l)	平均值(mg/L)	标准偏差	相对标准偏差(%)
5	10.8	0.058	0.54
2	10.5	0.058	0.55
1	10.8	0.55	0.93

2 结果与讨论

2.1 纳氏试剂比色法测定印染废水的氨氮,通过取样量的调整,使样品的稀释倍数也加以变化,对氨氮的测定浓度产生一定的影响。取样量减少,氨氮的浓度也随之有小幅的下降,这说明减少废水的取样量能降低色度对氨氮测定的干扰。随着取样量的减少,相对标准偏差有所提高,说明取样量的减少对实验精密度会造成影响。

2.2 气相分子吸收光谱法测定印染废水的氨氮,取样量的调整对氨氮浓度无明显影响,相对标准偏差也无明显区别。这说明气相分子吸收光谱法测定印染废水的氨氮可排除浊度和色度的干扰。

3 结论

综上所述,纳氏试剂比色法测定印染废水的氨氮,减少废水的取样量能降低色度对氨氮测定的干扰。随着取样量的减少,相对标准偏差有所提高,说明取样量的减少对实验精密度会造成影响。气相分子吸收光谱法测定印染废水的氨氮,取样量的调整对氨氮浓度无明显影响,相对标准偏差也无明显区别。实验表明,气相分子吸收光谱法测定印染废水的氨氮,不需预处理,相比纳氏试剂比色法,方法简便,精密度高。

参考文献

- [1] 严静芬. 水样中氨氮测定方法比较. 广州化工 [J] 2008, 36 (2) 55
- [2] 国家环保局. 水和废水监测分析方法(第四版) [M]. 北京, 中国环境科学出版社 2002
- [3] HJT 195-2005 水质氨氮的测定, 气相分子吸收光谱法 [S]. 北京, 中国环境出版社 2005