

分析与监测

污水厂出水低含量氨氮测定中硼酸吸收液浓度的影响

运如艳^{1,2}, 张刚^{1,2}, 马瑞芬^{1,3}, 运霖霖^{1,2}

(1. 中国葛洲坝集团水务运营有限公司, 湖北 武汉 430032; 2. 天津环科水务开发有限公司, 天津 300000; 3. 天津大港环科蓝天污水处理有限公司, 天津 300270)

摘要: 采用纳氏试剂分光光度法测定污水厂出水中低含量氨氮时,采用蒸馏法预处理过程中,由于馏出液 pH 值偏低,加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液时加入量的不确定性,使实验结果产生误差。针对于此,根据污水厂出水水质特点,通过实验,摸索出适合污水厂水质特点的最佳硼酸吸收液浓度,减少了实验误差,使实验结果准确无误。

关键词: 低含量氨氮; 纳氏试剂; pH 值; 硼酸; 吸光度

中图分类号: TU992 **文献标识码:** C **文章编号:** 1000-4602(2017)08-0129-03

Influence of Boric Acid Concentration in Determination of Low Ammonia Nitrogen in Effluent from Wastewater Treatment Plant

YUN Ru-yan^{1,2}, ZHANG Gang^{1,2}, MA Rui-fen^{1,3}, YUN Lin-lin^{1,2}

(1. China Gezhouba Group Water Operation Co. Ltd., Wuhan 430032, China; 2. Tianjin Huanke Water Development Co. Ltd., Tianjin 300000, China; 3. Tianjin Dagang Huanke Blue Sky Wastewater Treatment Co. Ltd., Tianjin 300270, China)

Abstract: When Nessler's reagent spectrophotometry was used to determine low ammonia nitrogen in effluent from a WWTP, due to low pH value of distillate during distillation pretreatment process, uncertainty of adding 1 mol/L NaOH could cause errors in the test results. According to the characteristic of the effluent and through a lot of tests, the best boric acid concentration suitable for this effluent was found. The test error was reduced, and the test results were accurate and correct.

Key words: low ammonia nitrogen; Nessler's reagent; pH value; boric acid; absorbancy

1 研究背景

用纳氏试剂光度法测定水中氨氮时,样品加入纳氏试剂后的 pH 值对吸光度有直接影响,实践证明,当 pH 值 > 12.59 时,溶液的吸光度随着 pH 值的增加变化幅度不大,趋于稳定,如果 pH 值 < 12.59,则溶液的吸光度偏低,测定结果偏低。在污水厂的正常运行中,出水 $\text{NH}_3\text{-N}$ 的含量一般很低,多在 2 mg/L 以下。由于出水成分较复杂,必须采用蒸馏法进行预处理,低含量氨氮被硼酸吸收后,不能完全中和硼酸,使溶液显酸性,为了使显色正常,馏

出液要用 1 mol/L 的氢氧化钠中和,这样就使实验过程变得复杂而且氢氧化钠的加入量不确定,从而导致实验结果准确性较差。为了使检测结果更加准确,通过实验对硼酸吸收液浓度进行了筛选、确定,找到了最佳硼酸吸收液浓度,在实验过程不再用氢氧化钠调节 pH 值,保证了 pH 值显色范围,使实验结果准确无误。

2 实验方法与结果讨论

2.1 纳氏试剂光度法测定氨氮标准曲线绘制实验

取 7 支 50 mL 比色管,编号依次为 1#~7#,加

入铵标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$)的量分别为0、0.50、1.00、3.00、5.00、7.00、10.0 mL,然后用无氨水定容至标线,按《水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法》(HJ 535—2009)的要求加入纳氏试剂显色,在420 nm处,用光程20 nm比色皿,绘制以氨氮含量 C (μg)对吸光度(A)的校准曲线。回归方程为 $A = 0.0070C - 0.0003$,相关系数 $r = 0.9995$ 。

2.2 不同浓度的样品溶液在不调pH值下测定值

分别取1、2、5、10 mg/L的铵标准溶液250 mL,加入1#~4#凯氏烧瓶中,各加0.25 g轻质氧化镁和数粒玻璃珠,立即连接氮球和冷凝管,导管下端插入浓度为20 g/L的硼酸吸收液液面下。加热蒸馏,至馏出液达200 mL时,停止蒸馏,定容至250 mL。根据绘制的曲线性质,若馏出液氨氮质量浓度高于2 mg/L,还需减少用于显色的馏出液取样量,并加无氨水至比色管刻度。

按国标的方法进行比色分析,测定结果如表1所示。

表1 不同浓度的样品溶液在不调pH值时的测定值

Tab.1 Measured value of different concentrations of the sample solution without adjusting pH value

$\text{NH}_3 - \text{N}$ 实际质量浓度/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	比色取样 体积/mL	吸光度	测定值/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	相对误差/%
1.00	50	0.019	0.06	94
2.00	25	0.248	1.42	29
5.00	10	0.350	4.99	0.2
10.0	5	0.351	10.04	0.4

从表1可以看出,低含量氨氮样品用高浓度硼酸吸收后,溶液pH值低,不能满足纳氏试剂的显色要求,溶液显色不明显,影响测定结果。随着样品氨氮含量的加大,硼酸吸收液pH值逐渐增高,特别是氨氮含量 >2 mg/L时,比色取样量减少,吸收液可以稀释不同倍数,这样大大提高了比色样品溶液的pH值,完全满足了纳氏试剂的显色要求,显色明显,吸光效果好,测定结果准确。

2.3 样品用不同浓度硼酸吸收,不调pH值

分别取5组1 mg/L的铵标准溶液250 mL,加入1#~5#凯氏烧瓶中,各加0.25 g轻质氧化镁和数粒玻璃珠,立即连接氮球和冷凝管,导管下端分别插入4、8、12、16、20 g/L硼酸吸收液液面下。加热蒸馏,至馏出液达200 mL时,停止蒸馏,定容至250 mL。各取50 mL馏出液至比色管中,按国标的方法进行比色分析,测定结果见表2。

表2 样品用不同浓度硼酸吸收、不调pH值时的测定值

Tab.2 Measured value of samples absorbed by different concentrations of boric acid, and without adjusting pH value

$\text{NH}_3 - \text{N}$ 实际质量浓度/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	比色取样 体积/mL	硼酸浓度/ ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	吸光度	测定值/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	相对误差/%
1.00	50	4	0.357	1.02	2
1.00	50	8	0.329	0.94	6
1.00	50	12	0.287	0.82	18
1.00	50	16	0.032	0.09	91
1.00	50	20	0.019	0.06	94

从表2可以看出,低含量氨氮样品用不同浓度硼酸吸收后,吸收液pH值随着硼酸浓度的增高而降低。当硼酸浓度达到12 g/L以上时,吸收液的pH值不能满足纳氏试剂的显色要求,显色不明显,吸光效果差,测定结果不准确;当硼酸浓度为4 g/L时,吸收液显色明显,吸光效果好,测定结果准确。

2.4 4 g/L 硼酸吸收液对不同浓度氨氮吸收效果

分别取0.50、1、2、5、10 mg/L的铵标准溶液250 mL,加入1#~5#凯氏烧瓶中,各加0.25 g轻质氧化镁和数粒玻璃珠,立即连接氮球和冷凝管,导管下端插入4 g/L硼酸吸收液液面下。加热蒸馏,至馏出液达200 mL时,停止蒸馏,定容至250 mL。根据绘制的曲线性质,若馏出液氨氮质量浓度高于2 mg/L,还需减少用于显色的馏出液取样量,并加无氨水至比色管刻度。

按国标方法进行比色分析,测定所得结果如表3所示。

表3 4 g/L 硼酸吸收液对不同浓度氨氮吸收效果

Tab.3 Absorption effect of 4 g/L boric acid at different concentrations of ammonia nitrogen

$\text{NH}_3 - \text{N}$ 实际质量浓度/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	比色取样 体积/mL	吸光度	测定值/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	相对误差/%
0.50	50	0.171	0.49	2
1.00	50	0.353	1.01	1
2.00	25	0.346	1.98	2
5.00	10	0.350	5.00	0
10.0	5	0.350	10.01	1

从表3可以看出,浓度为4 g/L的硼酸吸收液不仅对低含量氨氮样品有很好的吸收效果,对高含量的氨氮样品也同样有很好的吸收效果,说明浓度为4 g/L硼酸吸收液完全能替代浓度为20 g/L的硼酸吸收液。

3 污水厂实际水样的测定结果

污水厂连续 10 天用低浓度硼酸吸收法和国标法分别对出水进行氨氮测定,实验结果见表 4。

表 4 低浓度硼酸吸收法与国标法测定结果比较

Tab. 4 Comparison of the results of low concentration boric acid absorption method and national standard method

项 目	低浓度硼酸吸收法测定结果/ (mg · L ⁻¹)	国标法测定结果/ (mg · L ⁻¹)	相对误差/%
第一天	0.62	0.61	1.6
第二天	0.58	0.58	0
第三天	0.47	0.45	4.4
第四天	0.65	0.65	0
第五天	0.49	0.50	2
第六天	0.56	0.56	0
第七天	0.58	0.57	1.8
第八天	0.53	0.55	3.6
第九天	0.74	0.74	0
第十天	0.68	0.69	1.4

4 结语

① 在氨氮测定中,高浓度的硼酸吸收液适合吸收高含量氨氮样品,对于低氨氮含量的样品,吸收液 pH 值不适合纳氏试剂的显色条件,测定结果准确性较差。

② 低浓度的硼酸吸收液不仅对低含量氨氮样品有很好的吸收,对高含量的氨氮样品同样有很好的吸收。实验证明浓度为 4 g/L 的硼酸吸收液,完全能替代浓度为 20 g/L 的硼酸吸收液。

③ 测定低含量氨氮样品,省去了用氢氧化钠调 pH 值的步骤,减少了氢氧化钠加入量不确定性

给实验带来的误差,使实验结果更加准确。

④ 浓度为 4 g/L 的硼酸吸收液,不仅适用于污水处理厂出水氨氮的测定,还对水质成分复杂、氨氮含量较低的其他污水的测定也有一定的借鉴,值得推广。

参考文献:

[1] HJ 535—2009,水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法 [S]. 北京:中国环境科学出版社,2009.
[2] 国家环境保护总局. 水和废水监测分析方法(第 4 版) [M]. 北京:中国环境科学出版社,2009.
[3] 潘本锋,韩润平,鲁雪生,等. 纳氏试剂光度法测定氨氮时样品溶液 pH 值对分析结果的影响[J]. 环境工程,2008,26(1):71-73.



作者简介:运如艳(1971 -),女,天津人,本科,高级工程师,化验室经理,主要从事污水厂水质和活性污泥的分析与研究。

E-mail: ruyan. yun@ kwigwater. com

收稿日期:2016 - 07 - 20

节约为本,治污优先