

水样预处理对水质分析结果的影响

李春风¹, 张月妹², 沈跃群³

(1. 上海市闵行区环境监测一站, 上海 201100; 2. 上海市闵行区环境监察支队, 上海 201100;
3. 上海市宝山区环保局, 上海 201900)

水质分析中,通常采用滤纸过滤等预处理手段消除因水样带色、混浊或其他干扰物质对分析灵敏度和准确度的影响^[1]. 王伟^[2]和孙廷春^[3]的研究发现,滤纸中约有0.25%的可溶物和滤纸的平均失重0.58%,这些可溶物将影响分析结果的准确性. 我们在分析氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、六价铬等项目时发现,分析方法采用絮凝沉淀消除因水样带色或混浊及含其他一些干扰物质时,当沉淀后的上清液经滤纸过滤后有氨氮等项目含量增高的现象,尤其在测定低浓度时更为明显. 韩瑞梅^[4]针对这一现象,提出用3%硼酸或5%硫酸浸泡滤纸后反复清洗至中性,可有效降低滤纸过滤的空白值(空白值是除用纯水代替样品外,其他所加试剂和操作步骤均与样品测定完全相同的操作过程所得的响应值). 根据我们的实际经验以及分析方法的要求,发现过滤用滤纸对分析项目有一定的影响,这一现象的发生可能由于滤纸在制造过程中大都是由亚氨造纸工艺法制成,部分含氨氮的化合物已浸入滤纸纤维内部的原因所致. 本文针对该问题,研究了滤纸预处理对水质分析项目的影响因素和预防措施,包括淋洗水量、不同品牌、暴露时间及烘干等因素的影响.

1 实验部分

1.1 分析方法

氨氮采用纳氏试剂光度法测定(GB 7479-87),亚硝酸盐氮采用N-(1-萘基)-乙二胺光度法测定(GB 7493-87),硝酸盐氮采用紫外分光光度法测定(GB13580.8-92),六价铬采用二苯碳酰二肼分光光度法测定(GB7467-87).

1.2 分析仪器

UV-2450型紫外分光光度计.

2 实验结果与讨论

在监测站检测地表水的常规项目中,需要用滤纸过滤检测水样以消除水样带色或浑浊对检测结果的影响. 本实验根据实际现象和方法的要求,研究了采用滤纸过滤水样对水样中检测项目分析结果的影响,得出如下结论.

2.1 滤纸过滤预处理对氨氮测定结果的影响

2.1.1 检出量的变化

随机抽取同一种11cm的定性滤纸3张,分次用25mL去氨水淋洗滤纸,分别收集滤液,测定滤液中

收稿日期: 2004-06-08

作者简介: 李春风(1970-),女,上海市闵行区环境监测一站工作,主要从事地表水水质监测和分析工作,研究方向为水质监测.

氨氮的含量. 分析结果见表 1.

表 1 分次滤液中氨氮的浓度

批次	淋洗液累计量 (mL)				mg/L
		第一张	第二张	第三张	均值
1	25	0.212	0.217	0.184	0.204
2	50	0.015	0.011	0.013	0.013
3	75	0.008	0.008	未检出	0.005
4	100	未检出	未检出	未检出	未检出

由表 1 可见, 淋洗一次 (淋洗量 25mL) 滤液中氨氮的含量 0.204mg/L, 远远高于氨氮的分析方法 (纳氏试剂光度法测定 - GB 7479 - 87) 的检出限 0.025mg/L, 淋洗 2 次 (淋洗量 50mL), 滤液中氨氮的含量已低于氨氮的分析方法的检出限. 到淋洗 3 次以上 (淋洗量 75mL 和 100mL), 滤液中氨氮的含量未检出. 所以对于该分析方法, 在过滤絮凝沉淀前, 应用去氨水 25 ~ 50mL 淋洗滤纸, 并弃掉初滤液, 以消除滤纸对氨氮测定的影响.

2.1.2 不同品牌的影响

选取 3 种品牌的 11cm 定性滤纸, 每种随机抽取 3 张. 用 50mL 去氨水淋洗滤纸, 收集过滤液, 测定氨氮的含量, 分析结果见表 2.

表 2 不同品牌滤纸的检测浓度

滤纸种类				mg/L
	第一张	第二张	第三张	均值
品牌 1	0.020	0.018	0.018	0.019
品牌 2	0.039	0.030	0.039	0.036
品牌 3	0.015	0.011	0.013	0.013

由表 2 可见, 滤纸的生产厂家不同, 其所含氨氮的含量也不同, 且有些差别较大, 所以实验时应选用含量较低的滤纸, 最好认准一个品牌, 由实验确定淋洗量来消除其影响.

2.1.3 滤纸暴露时间的影响

实验室分析中常使用氨水, 滤纸暴露在含有氨气的空气中, 会吸附氨气而使本底值大为增加. 滤纸开封后在使用氨水的实验室内放置 1 ~ 3 个月左右, 从中随机抽取 3 张直径为 11cm 的滤纸, 用 50mL 去氨水淋洗滤纸, 收集过滤液, 测定氨氮的含量, 分析结果见表 3.

由表 3 可见, 实验室环境空气中的氨气对滤纸的影响非常大, 滤纸的暴露时间越长, 吸附的氨越高, 对测定结果的影响越大. 所以开封的滤纸应密封好, 以防止滤纸暴露对测定结果的影响, 同时使用滤纸前, 应检查滤纸的密封程度, 同时应由实验确定淋洗量消除其影响.

2.1.4 烘干对测定结果的影响

分别抽取同一种 11cm 的新打开、打开 1 个月和打开 3 个月的定性滤纸, 于 105℃ 烘箱内烘干 1h, 在干燥器中冷却. 每种取 3 张, 用 50mL 去氨水淋洗, 收集滤液, 测定滤液中氨氮的浓度, 实验结果见表 4.

表 3 不同暴露时间的影响

暴露时间 (月)							mg/L
	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0	
第一张	0.114	0.188	0.215	0.268	0.405	0.573	
第二张	0.114	0.198	0.237	0.241	0.414	0.638	
第三张	0.099	0.217	0.227	0.277	0.390	0.527	
均值	0.109	0.201	0.226	0.262	0.403	0.579	

表4 烘干对测定的影响

暴露时间	第一张	第二张	第三张	均值
新打开	0.008	0.008	0.011	0.009
打开1个月	0.196	0.203	0.223	0.207
打开3个月	0.542	0.522	0.491	0.518

mg/L

实验中一般在 105°C 烘干以去除水分等物质,由表 3 和表 4 可见,105°C 烘干对滤纸中的氨和滤纸吸附氨的去除效果不明显,基本不能去除滤纸中的氨氮,具体原因尚需进一步研究.

2.2 滤纸预处理对亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的影响

亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的国标分析方法中要求用滤纸过滤水样前检查滤纸的本底值,所以实验同时做了滤纸过滤对亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的影响.随机抽取同种品牌的 11cm 定性滤纸,用 50mL 去离子水淋洗,收集滤液,分别测定亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的浓度,实验结果见表 5.

表5 滤液中亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的浓度

分析项目	第一张	第二张	第三张
亚硝酸盐氮	< DL	< DL	< DL
硝酸盐氮	< DL	< DL	< DL
六价铬	< DL	< DL	< DL

mg/L

DL 为亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的分析方法的检出限.

由表 5 可见,滤液中均未检出亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬,滤纸过滤预处理对分析水样中的亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬没有影响,说明过滤滤纸中基本不含亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬.一般滤纸使用前不必用去离子水淋洗,但仍要求每次使用前需检查滤纸本底值.

3 结论和控制措施

由于滤纸在制造过程中大都是由亚氨造纸工艺法制成,部分含氨氮的化合物已浸入滤纸纤维的内部,同时滤纸具有较强的吸附能力.所以在使用滤纸预处理水样时,需使用去氨水 25 ~ 50mL 淋洗以消除对氨氮测定的影响,滤纸预处理对亚硝酸盐氮、硝酸盐氮和六价铬的测定结果没有影响;不同生产厂家生产的滤纸对氨氮测定的影响程度不同;滤纸在环境空气中暴露对氨氮的测定结果影响较大;使用烘干手段不能消除滤纸对氨氮测定结果的影响.

参考文献:

- [1] 国家环境保护局《水和废水监测分析方法》编委会. 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,1998. 253.
- [2] 王伟. 关于滤纸可溶物对测定悬浮物影响的探讨[J]. 干旱环境监测,2001,15:249-250.
- [3] 孙廷春. 定量滤纸对悬浮物测定的干扰及校正[J]. 工业水处理,1995,15(5):23-24.
- [4] 韩瑞梅. 水样中氨氮分析方法的改进[J]. 内蒙古环境保护,1995,7(3):21-22.