

# Smartchem140 全自动化学分析仪 测定地表水中的氨氮

武开业

(陕西省榆林市环境监测总站, 榆林, 719000)

**摘要** 用 Smartchem140 全自动化学分析仪测定了地表水中的氨氮。在最佳实验条件下, 氨氮浓度在 0.01 ~ 2.0 mg/L 范围内与吸光度线性关系良好, 线性回归方程为  $\Delta A_{630} = 0.45C + 0.0014$ , 相关系数为 0.9999, 检出限为 0.005 mg/L, 加标回收率为 98.7% ~ 100.2%, 方法简便实用, 用于环境样品分析, 所得结果令人满意。

**关键词** 全自动化学分析仪 氨氮 地表水

## 1 前言

氨氮普遍存在于地表水中, 主要以游离氨 ( $\text{NH}_3$ ) 和离子铵 ( $\text{NH}_4^+$ ) 的形式存在, 这两种形式组成的比例主要取决于水体的 pH 值, pH 值高时, 游离氨的比例高, 反之离子铵的比例高。

地表水中氨氮主要来源是生活污水中含氮有机物受微生物作用分解的产物、某些工业废水及农田排水<sup>[1]</sup>。此外, 在无氧环境中, 水中的亚硝酸盐受微生物作用, 还原为氨。氨氮含量高时, 对鱼类有毒副作用, 对人体也有不同程度的危害。因此, 氨氮含量的多少是判断水体污染程度的重要指标之一, 是我国各级环境监测站点的必测项目。

氨氮的测定方法有纳氏试剂比色法、水杨酸分光光度法、蒸馏滴定法、氨气敏电极法、酶法等, 这些分析方法各有其优势和特色。与上述分析方法相比, Smartchem140 全自动化学分析仪测定氨氮具有自动化程度高、分析精度高、试剂用量少的优点。

## 2 仪器特点

Smartchem140 全自动化学分析仪工作原理实际上是间隔流动分析 (segmented flow analysis, SFA), 也称为连续流动分析 (continuous continuous flow analysis, CFA), 间隔连续流动分析 (segmented flow analysis, SCFA)。Smartchem140 全自动化学分析仪包括四个部分: 自动取样器、化学反应单元、检测器和数据处理系统。

第 1 代 SFA 使用一个多通道的蠕动泵压挤聚

乙烯泵管产生负压, 将试剂、样品和空气定量地吸入到管路系统中, 进行稀释、加样、混合、分离和加热等, 反应完成后进入检测器检测, 再通过数据处理系统处理和显示结果。其显著的特征是由引入的空气将液流分割成一个一个区段, 即样品是一个接一个进入的, 之间被空气泡隔开, 故称为间隔流动分析。引入气泡的目的有两个, 一是由于气泡有一定的张力, 将前一个样品留在管壁上的残留液推向前进, 避免前后样品的扩散和混合, 起到清洗的作用; 二是将样品分隔成很多小的片段, 每一片段均发生相同的反应, 可提高反应的精度。在化学反应完全后进行检测。由于化学反应完全时是反应的稳定区, 故该类仪器也叫稳定区测定仪。

Smartchem140 是第 2 代 SFA, 采用目前世界上最先进的第二代全自动间断化学分析技术, 用吸光度表示反应终点, 采用比色管直读式, 样品与试剂在独立的比色管中完成反应和比色, 用比色管代替了第一代间断化学分析仪中的反应管 + 流通池, 减少了由于使用流通池而产生基线漂移的可能性, 完全做到间断分析, 可以在无人看管的情况下一一次测定 64 个样品的 9 个参数, 在欧美各国的生物<sup>[2,3]</sup>、环境<sup>[4]</sup>、水处理<sup>[5]</sup>等领域得到广泛应用, 但在我国环境监测领域的应用尚处于探索阶段。

反应过程由电脑控制, 自动化程度高, 操作简单, 减少了人为干扰, 检测结果精确可靠, 符合 ISO、AOAC、BATF、USEPA、AFNOR、COFRAC 等国际认证标准。试剂消耗量以  $\mu\text{L}$  为单位计算, 是常规方法的千分之一, 降低了分析成本。

### 3 实验部分

#### 3.1 仪器和试剂

Smartchem140 全自动化学分析仪(法国 Alliance 集团公司),万分之一电子天平(赛多利斯)。

**苯酚钠溶液:**将 32g 氢氧化钠溶解在 500mL 试剂水中,冷却到室温,再加入苯酚溶解后,用蒸馏水稀释到 1L。

**次氯酸钠溶液:**每日准备新鲜的溶液,用蒸馏水将 250mL 含 5.25% 次氯酸钠的漂白溶液稀释到 500mL。

质量浓度为 5% 乙二胺四乙酸二钠溶液,注意 EDTA 不能阻止咸水中阳离子沉降,使用酒石酸钾钠比较好。

质量浓度为 10% 酒石酸钾钠溶液:向 900 mL 蒸馏水中增加 100 g 酒石酸钾钠,加两粒氢氧化钠和几个沸片,小火沸腾 45min,盖上盖子冷却,并用无氨蒸馏水稀释到 1L,用硫酸调整 pH 到  $5.2 \pm 0.05$ ,在低温的地方静置一个晚上,过滤以除去沉淀物。

**硝普钠溶液:**将 0.5g 硝普钠二水化合物溶解于 1L 蒸馏水中制得。

**氨氮母液:**将 3.819 g 无水氯化铵( $105^{\circ}\text{C}$ 下烘干)溶解于蒸馏水中,再稀释到 1000 mL。

**比色杯清洗溶液:**将 50mL 比色杯清洗溶液加入 1L 去离子水中,室温保存,可稳定 2 个月。

**探针清洗溶液:**将 0.5mL 探针清洗溶液加入 1L 去离子水中,室温保存,可稳定 2 个月。

实验所用试剂均为分析纯,实验用水为二次蒸馏水。

#### 3.2 实验方法

本方法使用 pH9.5 的硼酸盐缓冲溶液吸收蒸馏释放出的氨,再与碱性苯酚和次氯酸盐反应

生成靛酚蓝,产生的颜色强度与氨浓度成正比,可通过添加硝普钠进一步加强显色。

Smartchem140 具有自动稀释母液的功能,将氨氮母液和相应的反应试剂置于仪器试剂位,然后在操作界面输入相应的稀释倍数,就可以得到需要的标准系列溶液,然后仪器开始自动分析。

### 4 结果与讨论

#### 4.1 精密度、线性关系和检出限

按照实验方法,Smartchem140 自动配制浓度为 0、0.01、0.10、0.20、0.50、1.0、1.5、2.0 mg/L 的氨氮标准溶液,每个浓度测定 6 次吸光度值,RSD 在 0.98%~1.69% 之间,分别测定不同浓度的标准氨氮溶液的吸光度值,氨氮浓度在 0.01~2 mg/L 范围内与吸光度值呈良好线性关系,线性回归方程为  $\Delta A_{630} = 0.45 C + 0.0014$ ,相关系数为 0.9999,方法检出限为 0.005 mg/L。工作曲线如图 1 所示。

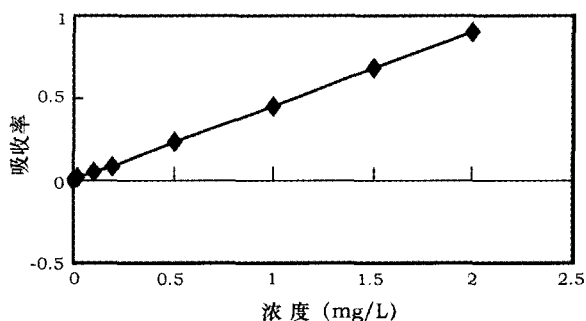


图 1 工作曲线

#### 4.2 样品测定及回收率实验

取环境水样 3 份,置于仪器样品位中,按照试验方法,测定样品中氨氮的含量,结果见表 1。

方法的相对标准偏差(RSD)在 3.2%~4.0% 之间,回收率为 98.7%~100.2%。

表 1 环境样品测定结果及回收率

样品	平均值 (mg/L)	RSD (%)	加标量 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
环境水样 1	0.56	3.5	0.5	1.05	98.7
环境水样 2	1.25	4.0	1.5	2.74	99.6
环境水样 3	0.85	3.2	1.0	1.85	100.2

## 参考文献

- [1] 奚旦立,孙裕生等. 环境监测(修订版). 北京: 高等教育出版社,1996: 72.
- [2] Kim J K, Kraemer G P, Yarish C. Journal of Experimental Marine Biology and Ecology, 2008, 30(7): 432-440.
- [3] Van Verseveld W J, McDonnell J J, Lajtha K. Journal of Hydrology, 2008, 39(11), 298-305.
- [4] Santoro A E, Francis C A, de Sieyes N R, Boehm A B. Environmental Microbiology, 2008, 10(4): 1068-1079.
- [5] Van Ginkel S W, Badruzzaman C M, Roberts D J. Water Reserch, 2008, 45(9): 245-256.

收稿日期: 2010-05-12

**Determination of ammonia in surface water using Smartchem 140 automatic chemical analyzer.** Wu Kaiye (Yulin Environment Monitoring Center of Shannxi Province, Yulin, 719000)

The ammonia in surface water was determined using Smartchem 140 automatic chemical analyzer. Under optimized experimental conditions, the ammonia concentration had good linear relationship with absorption in the range of 0.01~2.0mg/L. The regression equation was  $\Delta A_{630} = 0.45C + 0.0014$  ( $r = 0.9999$ ). The detection limit was 0.005mg/L and the recovery was 98.7%~100.2%.