

污水监测中氨氮比总氮高的原因探讨

杨璐

甘肃省天水生态环境监测中心

DOI:10.12238/eep.v7i5.2084

[摘要] 实验室污水监测中,经常会出现氨氮容量高于总氮的实验结果。文章将针对这一情况展开实验分析,在把握实验原理、合理选择实验仪器的基础上,分析导致这一结果产生的原因,并设计合适的解决对策,旨在提升实验监测精准性。

[关键词] 污水监测; 氨氮; 总氮

中图分类号: U664.9+2 **文献标识码:** A

Reasons why ammonia nitrogen is higher than total nitrogen in sewage monitoring

Lu Yang

Gansu Tianshui Ecological Environment Monitoring Center

[Abstract] In the laboratory sewage monitoring, the ammonia nitrogen capacity is often higher than the total nitrogen. The paper will carry out experimental analysis for this situation, on the basis of grasping the experimental principle and reasonably selecting the experimental instrument, analyze the causes of this result, and design appropriate solutions, aiming to improve the accuracy of experimental monitoring.

[Key words] sewage monitoring; ammonia nitrogen; total nitrogen

前言

水体污染是当前环境污染中的主要元素,治理污水也成为环保工作的重点内容。在污水治理工作中,需要先判断水体的指标状态,其中需要重点关注的一大指标便是总氮。在分析数值角度上来看,总氮包含较多内容,如有机氮、亚硝酸盐氮、氨氮以及硝酸盐氮。基于实验原理来看,在水质监测分析中,氨氮一定小于总氮。但结合实验结果分析却发现,经常会出现总氮小于氨氮的情况。

1 实验原理

1.1 氨氮监测分析原理

污水中含有游离态铵离子以及氨且会形成氨氮。实验中,将氨氮与纳氏试剂进行反应,后会生成络合物,且物质颜色为淡红色。将该络合物放置在420nm的波长中会发现,络合物会被快速吸收,且吸光度与氨氮含量之间呈现正比关系。

1.2 总氮监测分析原理

将碱性介质条件控制在120-124℃内,以过硫酸钾为主要实验试剂,通过实验操作可以将污水中的氨氮、有机氮与亚硝酸盐氮进行转化,生成硝酸盐^[1]。最后,以紫外分光光度计为主要实验设备进行吸光度检测(分别于波长220nm、275nm),结合检测结果进行含量测定。

2 实验仪器

测量污水中氨氮时,主要使用可见分光光度计,辅以离心

机、超纯水机作为辅助性仪器进行实验;测量污水中总氮时,主要使用紫外可见分光光度计,辅以比色皿、高压灭菌器以及超纯水机作为辅助性仪器进行实验^[2]。

3 实验结果

3.1 总氮消解过程的影响

结合国家生态环境部发布的文件《水质总氮的测定碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(HJ 636—2012)中的标准规定,对总氮消解的时间进行了设定,控制为30min。实验过程中,以消解时间为主要变量,以20mg/L、50mg/L、70mg/L的污水为标准实验样品,验证在不同消解时长下,样品的消解情况,判断消解过程、实践对实验结果造成的影响。此次实验过程中一共设计了五个消解时间,分别为20min、25min、30min、35min以及45min。具体的实验结果如表1所示。

表1 不同消解时间下总氮测定的结果数据

总氮标液浓度 mg/L	总氮测定值 mg/L				
	20min	25min	30min	35min	40min
20	13.6	17.4	19.2	19.6	19.4
50	36.5	43.7	48.3	49.7	49.3
70	58.4	63.2	68.4	69.5	69.4

3.2 实验室环境误差影响

3.2.1 无氮环境

污水监测工作中严格规定，杜绝在实验室中使用带入氮的试剂以及水。同时，在监测氨氮以及总氮的过程中，需要分别将实验安排在不同的空间。若类似要求不能满足，都会对最终的实验结果造成影响。立足于实验原理可知，若实验室用水中存在氮，则其中会产生铵离子，铵离子的存在则会直接影响污水监测，在持续干扰下，导致实验室人员在分析监测误差时，无法通过全程序进行扣除，最终导致实验产生更加明显的正误差，致使出现“氨氮比总氮高”的实验结果。

3.2.2 试剂器皿

在开展污水监测实验时，需要分别、分开存放实验过程中应用到的各类试剂以及实验器皿。并且，实验中需要应用到比色皿工具。对于这一类工具，需要进行配对后方可使用。若实验期间，实验人员未意识到这一点，或未做相关操作，都会导致实验空白值出现变化，造成实验结果不准确的问题。此外，针对实验中的玻璃器皿，实验人员需要提前对其进行浸泡处理，利用浓度为1:9的盐酸全面浸泡。在正式开展实验之前，还需要利用无氨水多次、反复地冲洗玻璃器皿。做好全面准备工作后，开展后续实验，避免器皿影响，导致实验空白值变高，引发“氨氮比总氮高”的实验后果。

3.3 水样存放时间的影响

结合已有实验案例分析来看，在污水监测实验中，能够影响氨氮、总氮实验结果的一大因素便是实验过程中准备水样的存放时间。所以，此次实验中，以水样的存放时间为测定标准，分别对存放了1d、2d、3d、4d、5d、6d的某污水处理厂的进水以及地表水水样进行了监测，形成的测试结果如表2所示。

表2 水样存放时间的结果数据

水样类型	氨氮测定值 mg/L					
	1d	2d	3d	4d	5d	6d
污水处理厂进水水样	28.6	28.9	29.1	29.8	30.4	31.2
地表水水样	0.732	0.728	0.720	0.709	0.694	0.686

结合表中数据分析来看，不同水样的测定结果存在明显区别。其中，污水处理厂进水水样中的氨氮测定值会随着水样存放时间的延长而升高；地表水水样中的氨氮测定值则会随着水样存放时间的延长而降低。

产生这一情况的主要原因在于，地表水处在自然环境下，与空气间的接触时间较长且接触面积广泛。在自然作用下，其中包含更多含量的溶解氧。换言之，地表水水样的所处环境较良好。如此一来，在实验中，因水样中存在好氧微生物，会与实验试剂发生硝化反应。且水样存放时间越长，反应越明显，所以氨氮会减少，测定值会降低；反之，长期与自然空气隔离的污水处理厂进水水样中，便不再包含充足容量的溶解氧。

3.4 过硫酸钾试剂的影响

3.4.1 实验试剂质量影响

基于国标监测方法分析来看，在污水监测工作中，针对总氮监测过程中所使用的过硫酸钾，通常会限定为纯度略低于优级纯的普通分析纯。相比于其他各类实验试剂来看，普通分析纯中所包含的过硫酸钾总氮含量相对偏低，总体不超出0.005%。但通过市场调研可以发现，在当前的行业市场中，大多数厂家并不会严格遵循这一标准。并且，在不同批次下所生产出的普通分析纯中包含的过硫酸钾容量、质量也并不统一，因彼此之间存在差异，所以会致使实验测定的空白值出现变化。因空白值吸光度差异较大，致使实验出现氨氮比总氮高的实验结果。为有效控制过硫酸钾试剂质量造成的影响，实验正式开始之前，实验人员可基于过硫酸钾，进行温控、提纯操作。

3.4.2 实验试剂配制影响

实验发现，在污水监测工作中，过硫酸钾的溶解速度极慢，一定程度上会影响实验的结果。为此，若实验人员想要加快溶解速度，并不影响过硫酸钾的化学性质，可采取的首要方法便是水浴加热。同时，实验人员需要对水浴的温度加以控制，确保温度处在60℃以下，避免温度过高导致过硫酸钾分解失效。实验过程中，需要配置碱性过硫酸钾溶液。而配制的方式也会对实验结果造成影响。配置期间，实验人员需要秉承分开配置的原则，先配置氢氧化钠，当氢氧化钠冷却后，再配置过硫酸钾，最后将两者混合定容^[3]。在混合期间，实验人员须确保可以缓慢加水，并持续搅拌，通过这一操作规避氢氧化钠放热而引发的实验影响。基于原理角度来看，当氢氧化钠放热后，溶液温度会快速升高，而温度过高会导致过硫酸钾分解失效。当出现这种实验情况，也会引发总氮偏低、低于氨氮的实验结果。

4 对策与解决方案

4.1 细化采样

结合实验中的数据结果分析来看，污水采样的地点会影响实验的结果，如在存放时间变化相同的前提下，污水处理厂进水水样与地表水水样中测定的氨氮变化规律并不相同，甚至完全相反。所以，为保证实验结果精准，实验人员需要优化采样方式。在正式采样前，能够对污水所处地点展开全面调研。同时，需要基于水样表面进行深入采样，以规避水体强迫扰动影响的方式，确保所采集的水样满足使用要求。此外，在采样期间还需关注以下几点。

一是提前预清理采样容器，避免容器中存在杂质影响水样状态；二是能够在采样工作结束后及时对样本进行标号与记录，以标准化管理精准区分各样本；三是在采样期间，能够遵循多次采样的工作原则，并对每次实验结果进行记录，对比实验差异，以确保样品准确且实验结果一致。

4.2 细化操作

实验过程中，实验人员的操作经验、操作水平都会对实验结果造成不同程度的影响。所以，在正式开展实验任务之前，建议实验室能够选派具有丰富经验、较强实验能力的人员进行实验

操作,以规范化、标准化操作流程与操作行为,保证实验结果的精度与准确性。此外,在氨氮浓度与总氮浓度测定工作中,实验人员应着重关注其中的操作细节与数据细节,避免因此而引发细小误差,影响到最终的实验结果。实验期间,实验人员需要精准控制标准品,并精准制备反应液,避免因此而在实验中产生不稳定状态或折算误差,影响到实验结果,引发氨氮浓度高于总氮的问题。

4.3 设备管理

污水监测工作中,能够对测量结果造成影响的一大因素包括测量仪器,如仪器设备的状态、仪器设备的精密程度等等。所以,在实验开展之前,相关单位应加大经济投入力度,能够及时更换实验室内精度偏低或稳定性较差的实验设备,以稳定的硬件条件,支撑实验任务的高质量开展。对于实验室内所使用的红外分光光度计以及电化学分析仪等重要仪器设备,在正式开展实验之前,实验人员需多次对其进行校正操作,确保测得的数据精准、可靠。

4.4 试剂管理

结合实验结果可知,化学试剂也是会对实验精准性造成影响的一大要素。在正式开展实验之前,实验人员需要展开全面的市场调研,在保证试剂质量的基础上,尽量降低试剂成本,确保实验任务能够稳定、顺利开展。同时,在确定试剂采购商家后,需要对其行业资质进行鉴定,并尽量选择同批次化学试剂,避免试剂批次不同或厂家不同,而存在质量差异。实验期间,实验人员要做好试剂的保存工作,能够基于其保存条件酌情储存,有效维护试剂的新鲜性、活性与稳定性,避免因试剂质量参差不齐,引发实验问题。

4.5 数据处理

正式开展污水监测实验之前,实验人员需提前准备标准样品。以样品作为主要实验对象,对其重点指标进行测定,如吸光度、总氮浓度、氨氮浓度,并根据实验数据绘制清晰完整的标准曲线^[4]。基于这一数据,在后续的实验过程中,实验人员可以有明确的参考标准,以合理的折算换算,明确样品中总氮氨氮的浓度值。

完成实验任务后,实验人员需要对测得的数据与结果展开精准分析,并进行可信性评估。若发现部分数据存在明显误差,甚至超出安全标准范围,则应及时剔除或选择重新实验。数据处理阶段,需要着重对比不同样品的测量数据,基于差值分析,形成测量结果,并展开客观的数据评价与后续的实验决策。

5 结论

结合实验过程分析来看,在实验过程中,主要测定了四种不同的影响因素,分别为消解时间、实验室环境、水样存储时间以及实验室所用试剂。综合实验结果发现,导致污水监测中出现氨氮高于总氮的原因包括四点:第一,实验中设定的消解时间较短,因时间不足,导致总氮偏低;第二,实验中,未做好实验室环境的处理与准备,因实验仪器、环境存在差异,导致实验结果失准;第三,实验中,未控制水样的存储时间。因水样中的物质会随着时间的变动而出现动态变化,导致实验结果出现问题;第四,实验期间所应用的过硫酸钾试剂应提前做好提纯处理。因部分实验中未进行这一操作,导致实验结果中的总氮值低于实际值。

为有效规避类似问题造成的实验影响,保证实验结果的精准性,建议在之后的实验中,合理设定总氮消解时间(35min),控制水样存储时间(3天以内),提前做好过硫酸钾的提纯操作。除此之外,在实验中,还应细化采样操作、实验操作、设备数据管理等工作,以全面的实验优化,提升实验结果精准性。

[参考文献]

- [1]张春宝.探讨污水监测中氨氮比总氮高的原因[J].环境与发展,2021,31(10):121-122.
- [2]李桂香,胡湛波,柴欣生.悬浮物对生活污水中总氮与氨氮浓度监测的影响[J].广西科学院学报,2022,38(03):311-318.
- [3]马超,王伟伟.水中氨氮浓度高于总氮的原因分析及解决方法[J].河南水产,2023,(04):40-41.
- [4]赵白恩,王维红,康增彦.新疆某污水厂冬季出水总氮及氨氮超标的优化调控[J].净水技术,2023,42(12):97-102.