

垃圾渗滤液尾水氨氮测定前处理实验优化研究

卓玲

(福州市晋安环境监测站, 福建 福州 350011)

摘要:通过调整酒石酸钾钠与氢氧化钠的用量组合,对晋安区某垃圾渗滤液处理厂出口尾水氨氮测定的前处理方式进行优化实验。结果表明:当水样中钙、镁离子总浓度 ≤ 540 mg/L时,采用“加入1.2 mL 500 g/L酒石酸钾钠混匀后,再添加1 mL 250 g/L氢氧化钠”的前处理方案,可有效掩蔽钙、镁等金属离子对氨氮测定的干扰,保障测定准确性。

关键词:氨氮;垃圾渗滤液尾水;酒石酸钾钠;氢氧化钠;前处理优化

中图分类号:O657.32 文献标识码:A 文章编号:1009-8143(2026)01-0041-04

Doi:10.3969/j.issn.1009-8143.2026.01.08

Optimization of Pretreatment Methods for Ammonia Nitrogen Determination in Landfill Leachate Tail Water

Zhuo Ling

(Fuzhou Jin'an Environmental Monitoring Station, Fuzhou, Fujian 350011, China)

Abstract:An optimization experiment was conducted on the pretreatment method for ammonia nitrogen determination in the effluent from a landfill leachate treatment plant in Jin'an District by adjusting the dosage combination of sodium potassium tartrate and sodium hydroxide. The results indicate that when the total concentration of calcium and magnesium in the water samples is ≤ 540 mg/L, a pretreatment scheme of “adding 1.2 mL of 500 g/L potassium sodium tartrate followed by 1 mL of 250 g/L sodium hydroxide” effectively masks the interference from metal ions, ensuring accurate ammonia nitrogen determination.

Key words: Ammonia nitrogen; landfill leachate tail water; Potassium sodium tartrate; Sodium hydroxide; pretreatment optimization

引言

垃圾渗滤液的达标排放是环境保护工作的关键环节,氨氮作为其中一项核心考核指标,其浓度的准确测定对评估排放是否达标具有决定性意义。纳氏试剂分光光度法因操作简便、灵敏度高的优势,成为常规水样中氨氮测定的常用分析方法。然而,氨氮纳氏试剂行标法^[1]中仅规定采用酒石酸钾钠溶液去除钙、镁等金属离子的干扰,而垃圾渗滤液成分复杂,出口尾水中钙、镁等金属离子浓度往往偏高^[2-4],直接加入酒石酸钾钠会导致水样浑浊,

进而影响显色效果。实践中,若采用絮凝沉淀法对水样进行前处理^[5-7],仍无法避免浑浊现象;虽然预蒸馏法能有效消除各类干扰因素,但该方法耗时较长,且实验过程中蒸馏器底部易因结晶形成而发生破裂,实用性受限^[8]。

已知酒石酸钾钠与钙、镁离子的络合化学计量比为1:1,理论上1.0 mL 500 g/L的酒石酸钾钠溶液可络合50 mL钙离子浓度为1 416 mg/L的水样。但实际操作中,当垃圾渗滤液出口尾水中钙、镁离子浓度达到50 mg/L时,直接加入1.0 mL 500 g/L的酒石酸钾钠并不能形成稳定络合物,反而会出现浑

收稿日期:2025-08-15

作者简介:卓玲(1989—),女,本科/工程师,从事环境监测与实验室分析工作。E-mail:2453492046@qq.com

浊。这主要是由于酒石酸钾钠的配位基团需在碱性条件下才能与钙、镁等金属离子形成稳定络合物,因此可通过添加氢氧化钠调节水样pH值或适当增加酒石酸钾钠用量,以提升其络合效果^[9]。同时,殷善学^[10]的研究也证实,样品溶液的pH值对纳氏试剂显色反应存在显著影响。

鉴于此,本文综合考量酒石酸钾钠的掩蔽能力及pH值对实验的影响,设计了不同酒石酸钾钠与氢氧化钠使用剂量的实验方案,旨在建立适用于垃圾渗滤液处理设施出口尾水的优化分析方法,为环境监测实践提供理论依据与技术支持。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

紫外分光光度计:UV1900型,北京海光仪器有限公司。

浊度仪:1900C型,哈希。

多参数水质分析仪:HQ40D型,哈希。

全自动智能蒸馏仪:FM06型,青岛富勒姆科技有限公司。

具塞比色管:50 mL,天津天波玻璃制品有限公司。

比色皿:20 mm,金坛区白塔石英玻仪厂。

酒石酸钾钠、无水乙醇:均为分析纯,天津新技术产业园科茂化学试剂有限公司。

氢氧化钠:优级纯,天津市科密欧化学试剂有限公司。

碘化钾、碘化汞:均为分析纯,天津市大茂化学试剂厂。

硼酸:分析纯,西陇科学股份有限公司。

溴百里酚蓝:指示剂,西陇科学股份有限公司。

轻质氧化镁:分析纯,国药集团化学试剂有限公司。

水质钙离子检测盒:0~500 mg/L,潍坊蝶帆仪器有限公司。

水质镁离子检测盒:0~1 500 mg/L,潍坊蝶帆仪器有限公司。

氨氮溶液标准样品:批号102243,500 mg/L,相对扩展不确定度1%, $k=2$,生态环境部环境发展中心环境标准样品研究所。

1.2 实验方法

1.2.1 试剂配制

酒石酸钾钠溶液(500 g/L):称取50.0 g酒石酸钾钠溶于100 mL无氨水中,加热煮沸,充分冷却后稀释至100 mL。

氢氧化钠溶液(250 g/L):称取25.0 g氢氧化钠溶于无氨水中,稀释至100 mL。

氨氮标准工作液(10 mg/L):准确移取5.00 mL氨氮溶液标准样品于250 mL容量瓶中,用无氨水稀释至标线,混匀。

纳氏试剂:称取7.0 g碘化钾和10.0 g碘化汞于烧杯中,加入少量无氨水,搅拌至完全溶解。将此溶液缓慢倒入已冷却的50 mL、32%氢氧化钠溶液中,边加边搅拌,用无氨水稀释至100 mL。转移至棕色聚乙烯瓶中,避光密封保存。

硼酸溶液:称取20.0 g硼酸溶于无氨水,稀释至1 L。

溴百里酚蓝指示剂:称取0.05 g溴百里酚蓝溶于50 mL无氨水中,加入10.0 mL无水乙醇,稀释至100 mL。

1.2.2 水样测试

实验水样采集自晋安区某垃圾渗滤液处理设施出口尾水。取50 mL水样于比色管中,依次加入不同剂量的酒石酸钾钠、氢氧化钠以及1.0 mL纳氏试剂,显色10分钟后,用紫外分光光度计在波长420 nm下,用20 mm比色皿,以无氨水做参比,测定各溶液吸光度、浊度和pH值,同时加测不同显色时间下吸光度的变化验证其稳定性,从而得出钙镁离子最好掩蔽效果和最佳显色pH值下酒石酸钾钠和氢氧化钠最优配比。

1.2.3 加标回收实验

对照近一年内晋安区某垃圾渗滤液厂水质情况(见表1),选取不同梯度钙镁浓度总量的渗滤液处理设施出口尾水,按照筛选出的酒石酸钾钠和氢氧化钠最优实验条件开展加标回收实验,确保分析数据的准确性和可靠性。

表1 近一年内晋安区某垃圾渗滤液尾水水质情况表

指标	浓度范围(mg/L)
氨氮	0.235~8.52
钙离子	60~400
镁离子	75~150

1.2.4 方法比对测试

蒸馏法能够高效消除垃圾渗滤液尾水中复杂成分的干扰,测定的结果更具可靠性,故采用优化实验条件与蒸馏法同步测定水样,进一步验证优化实验条件下结果的准确性。

2 结果与讨论

2.1 水样测试结果

水样测试结果见表2。在1~4号实验组中,以纳氏试剂行标法中酒石酸钾钠添加量1.0 mL为基础,将氢氧化钠溶液的添加量从0.5~2.0 mL不断加大,观察水样的吸光度和浊度变化。实验结果表明:随着氢氧化钠添加量不断加大,显色后的水样

吸光度和浊度先下降后逐步升高,在氢氧化钠添加量为1.0 mL时,显色后的水样浊度5.62 NTU最低。

5~12号实验组,考虑通过加大酒石酸钾钠的用量,结合添加氢氧化钠用量调整溶液pH值提高掩蔽效果。实验结果表明:酒石酸钾钠添加量提高到1.2 mL,添加0.5 mL和2.0 mL氢氧化钠时,水样出现明显浑浊,此时吸光度不能体现水样真实情况;加入1.0 mL和1.5 mL氢氧化钠时,水样浊度均小于5 NTU,两组吸光度变化不大,溶液pH值分别为12.51、12.65;当酒石酸钾钠添加量提高到1.5 mL,加入0.5~2 mL氢氧化钠时,水样能看到明显的悬浮物,各水样浊度均大于10 NTU,影响比色测定。

表2 水样测试结果

序号	酒石酸钾钠用量(mL)	氢氧化钠用量(mL)	显色时间(min)	吸光度(Abs)	浊度(NTU)	pH值
1	1.0	0.5	10	0.517	11.2	/
2	1.0	1.0	10	0.456	5.62	12.75
3	1.0	1.5	10	0.481	7.34	12.82
4	1.0	2.0	10	0.490	9.65	12.85
5	1.2	0.5	10	0.532	18.4	/
6	1.2	1.0	10	0.460	3.07	12.51
7	1.2	1.5	10	0.479	4.31	12.65
8	1.2	2.0	10	0.636	22.9	/
9	1.5	0.5	10	0.695	35.4	/
10	1.5	1.0	10	0.518	16.3	/
11	1.5	1.5	10	0.521	16.2	/
12	1.5	2.0	10	0.607	33.8	/
13	1.2	1.0	10	0.456	3.07	12.51
14	1.2	1.0	15	0.459	3.97	12.59
15	1.2	1.0	20	0.461	4.52	12.63
16	1.2	1.0	25	0.501	12.3	/
17	1.2	1.0	30	0.613	23.9	/

注:“/”表示浊度大于10 NTU时不测定pH值。

殷善学^[10]指出纳氏试剂分光光度法测定水中氨氮试验过程中pH控制在11.8~12.8之间,以保证检测的准确度。基于前人的研究,结合1~12号实验组结果发现,1.2 mL酒石酸钾钠和1.0 mL氢氧化钠的组合浊度3.07 NTU最低,pH值12.51也在纳氏试剂显色控制范围内。为验证该用量的显色稳定性,增加了13~17号实验组,观察不同显色时间溶液的吸光度和浊度变化情况。从实验结果来看:显色时间在10~20分钟期间,吸光度和浊度略有增加但基

本保持稳定,25~30分钟后,浊度明显增大。故本次实验选择1.2 mL酒石酸钾钠+1.0 mL氢氧化钠组合作为本次最优实验方法进行后续的验证,且实验须在20分钟内完成分光操作,才能确保氨氮测定的稳定性。

2.2 加标回收实验

选取不同梯度钙镁浓度总量的垃圾渗滤液处理设施出口尾水,采用最优实验方法进行前处理后测定氨氮浓度值,同时在水样中加入0.5 mL的10 mg/L

氨氮标准工作液后,测定氨氮浓度并计算其加标回收率。由测定结果来看(见表3),采用优化实验方法处理后的测定氨氮的加标回收率在94%~102%,符合固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范(试行)中氨氮加标回收率范围控制指标要求。

2.3 方法比对测试

将不同梯度钙镁浓度的水样同时采用本次优

化实验方法和蒸馏法进行比对测试。从实验结果来看(见表4),钙镁浓度在540 mg/L范围内的渗滤液出口尾水采用优化实验方法测定氨氮浓度值高于蒸馏法测定结果,且氨氮浓度越低两者相对偏差越大,但两种前处理方法测定的结果相对偏差均能保持在10%内;从实验操作来看,优化实验方法不仅大大缩短了单样分析时间,同时减少了试剂的消耗量。

表3 不同钙镁浓度水样加标回收实验结果

序号	钙镁浓度(比色浓度) (mg/L)	加标前氨氮含量 (μg)	氨氮加标量 (μg)	加标后氨氮含量 (μg)	加标回收率 (%)	水样稀释 倍数
1	50	69.0	5	74.1	102	4倍
2	135	47.0	5	51.8	96	2倍
3	280	30.4	5	35.1	94	未稀释
4	380	52.4	5	57.4	100	未稀释
5	540	21.3	5	29.2	97	未稀释

表4 方法比对测试结果

序号	钙镁浓度 (mg/L)	优化方法 (mg/L)	蒸馏法 (mg/L)	相对偏差 (%)
1	50	5.52	5.13	3.7
2	135	1.88	1.72	4.4
3	280	0.607	0.536	6.2
4	380	1.05	0.941	5.5
5	540	0.485	0.423	6.8

3 结论

本文聚焦垃圾渗滤液出口尾水中高浓度钙镁离子对氨氮测定的干扰问题,以纳氏试剂分光光度法为基础,通过优化酒石酸钾钠与氢氧化钠的用量配比,对水样前处理方法展开系统性研究。

实验结果表明,针对晋安区某垃圾渗滤液处理厂出口尾水中钙镁浓度 ≤ 540 mg/L的水样,采用以下前处理及测定流程可获得最佳效果:向水样中加入1.2 mL浓度为500 g/L的酒石酸钾钠,充分混匀后添加1.0 mL浓度为250 g/L的氢氧化钠完成前处理,随后加入1.0 mL纳氏试剂并在20分钟内完成显色分析。该方案不仅能使酒石酸钾钠对钙镁离子的络合效率达到最优,且显色后水样pH值稳定在12.51~12.63区间,完全契合纳氏试剂的最佳显色条件。同时,水样加标回收率可达94%~102%,与蒸馏法比对测试的相对偏差控制在10%以内,既确

保了氨氮测定结果的准确度与可靠性,又显著简化了水样前处理的操作步骤,为垃圾渗滤液尾水氨氮的快速精准测定提供了兼具科学性与实用性的技术方案。

参考文献

- [1] 环境保护部. 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法: HJ 535-2009[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2009.
- [2] 赖建彬. 生活垃圾填埋场渗滤液污染情况与展望[J]. 山西化工, 2022, 42(08): 170-172+175.
- [3] 丁宇乾. 生活垃圾渗滤液处理难点与技术[J]. 中国资源综合利用, 2025, 43(05): 259-261.
- [4] 张艳娟. 城市生活垃圾填埋场渗滤液处理工艺的研究[J]. 低碳世界, 2022, 12(06): 4-6.
- [5] 陈志强. 纳氏试剂分光光度法测定氨氮预处理方式的选择及改进[J]. 辽宁化工, 2020, 49(06): 741-743.
- [6] 车道宇. 城市污水中氨氮测定预处理方法的探讨[J]. 节能, 2021, 40(07): 61-62.
- [7] 马国锋. 氨氮测定中絮凝预处理方法探讨[J]. 绿色科技, 2021, 23(12): 163-164.
- [8] 柴江君. 纳氏试剂分光光度法测定水质氨氮预蒸馏方法的改进[J]. 皮革制作与环保科技, 2023, 4(12): 29-31+43.
- [9] 武汉大学. 分析化学(第6版)[M]. 北京: 高等教育出版社, 2018: 215-217.
- [10] 殷善学. 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]. 化工设计通讯, 2019, 45(06): 150-152.