

## NH3 中文名称：氨氮

- 1 定义/概念
- 2 意义
- 3 测定原理/方法
- 4 测定仪器介绍

### 一：NH3/ 氨氮定义/概念

氨氮是指水中以游离氨（NH<sub>3</sub>）和铵离子（NH<sub>4</sub>）形式存在的氮。

### 二：NH3/ 氨氮意义

动物性有机物的含氮量一般较植物性有机物为高。同时，人畜粪便中含氮有机物很不稳定，容易分解成氨。因此，水中氨氮含量增高时指以氨或铵离子形式存在的化合氨。

氨氮主要来源于人和动物的排泄物，生活污水中平均含氮量每人每年可达 2.5~4.5 公斤。

雨水径流以及农用化肥的流失也是氮的重要来源。

另外，氨氮还来自化工、冶金、石油化工、油漆颜料、煤气、炼焦、鞣革、化肥等工业废水中。

当氨溶于水时，其中一部分氨与水反应生成铵离子，一部分形成水合氨，也称非离子氨。

非离子氨是引起水生生物毒害的主要因子，而铵离子相对基本无毒。国家标准 III 类地面水，非离子氨的浓度 ≤0.02 毫克/升。

氨氮是水体中的营养素，可导致水富营养化现象产生，是水体中的主要耗氧污染物，对鱼类及某些水生生物有毒害。。

### 三：氨氮的测定原理/方法

氨氮的测定方法，通常有纳氏比色法、苯酚-次氯酸盐（或水杨酸-次氯酸盐）比色法和电极法等。纳氏试剂比色法具有操作简便、灵敏等特点，但钙、镁、铁等金属离子、硫化物、醛、酮类，以及水中色度和混浊等干扰测定，需要相应的预处理。苯酚-次氯酸盐比色法具灵敏、稳定等优点，干扰情况和消除方法同纳氏试剂比色法。电极法通常不需要对水样进行预处理和具测量范围宽等优点。氨氮含量较高时，可采用蒸馏-酸滴定法。

#### 纳氏试剂比色法

##### 目的：

1. 掌握氨氮的测定原理，预处理方法和测定方法。
2. 熟悉分光光度计的使用，标准曲线的绘制。

**原理:**

碘化汞和碘化钾的碱性溶液与氨反应生成淡红棕色胶态化合物，其色度与氨氮含量成正比，通常可在波长 410—425nm 范围内测其吸光度，计算其含量。

本法最低检出浓度为 0.025mg/L（光度法），测定上限为 2mg/L。采用目视比色法，最低检出浓度为 0.02mg/L。水样作适当的预处理后，本法可适用于地面水、地下水、工业废水和生活污水。

**仪器:**

1. 带氮球的定氮蒸馏装置：500mL 凯氏烧瓶、氮球、直形冷凝管。
2. 分光光度计。
3. pH 计。

**试剂:**

配制试剂用水均应为无氨水。

1. 无氨水。可选用下列方法之一进行制备：

(1) 蒸馏法：每升蒸馏水中加 0.1mL 硫酸，在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，弃去 50 mL 初馏液，接取其余馏出液于具塞磨口的玻璃瓶中，密塞保存。

(2) 离子交换法：使蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂柱。

2. 1mol/L 盐酸溶液。
3. 1mol/L 氢氧化钠溶液。
4. 轻质氧化镁 (MgO)：将氧化镁在 500℃ 下加热，以除去碳酸盐。
5. 0.05% 溴百里酚蓝指示液 (pH6.0—7.6)。
6. 防沫剂：如石蜡碎片。
7. 吸收液：① 硼酸溶液：称取 20g 硼酸溶于水，稀释至 1L。② 0.01mol/L 硫酸溶液。
8. 纳氏试剂。可选择下列方法之一制备：
  - (1) 称取 20g 碘化钾溶于约 25mL 水中，边搅拌边分次少量加入二氧化汞 (HgCl<sub>2</sub>) 结晶粉末 (约 10g)，至出现朱红色沉淀不易溶解时，改为滴加饱和二氯化汞溶液，并充分搅拌，当出现微量朱红色沉淀不再溶解时，停止滴加氯化汞溶液。另称取 60g 氢氧化钾溶于水，并稀释至 250mL，冷却至室温后，将上述溶液徐徐注入氢氧化钾溶液中，用水稀释至 400mL，混匀。静置过夜，将上清液移入聚乙烯瓶中，密塞保存。
  - (2) 称取 16g 氢氧化钠，溶于 50mL 水中，充分冷却至室温。另称取 7g 碘化钾和碘化汞 (HgI<sub>2</sub>) 溶于水，然后将此溶液在搅拌下徐徐注入氢氧化钠溶液中。用水稀释至 100mL，贮于聚乙烯瓶中，密塞保存。
9. 酒石酸钾钠溶液：称取 50g 酒石酸钾钠 (KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> · 4H<sub>2</sub>O) 溶于 100mL 水中，加热煮沸以除去氨，放冷，定容至 100mL。
10. 铵标准贮备溶液：称取 3.819g 经 100℃ 干燥过的氯化铵 (NH<sub>4</sub>Cl) 溶

于水中，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至标线。此溶液每毫升含 1.00mg 氨氮。

11. 铵标准使用溶液：移取 5.00mL 铵标准贮备液于 500mL 容量瓶中，用水稀释至标线。此溶液每毫升含 0.010mg 氨氮。

12. 10% (m/V) 硫酸锌溶液：称取 10g 硫酸锌溶于水，稀释至 100mL。

13. 25%氢氧化钠溶液：称取 25g 氢氧化钠溶于水，稀释至 100mL，贮于聚乙烯瓶中。

14. 硫酸， $\rho = 1.84$ 。

### 测定步骤：

#### 1. 水样预处理：

蒸馏预处理：取 250mL 水样（如氨氮含量较高，可取适量并加水至 250mL，使氨氮含量不超过 2.5mg），移入凯氏烧瓶中，加数滴溴百里酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节至 pH7 左右。加入 0.25g 轻质氧化镁和数粒玻璃珠，立即连接氮球和冷凝管，导管下端插入吸收液液面下。加热蒸馏，至馏出液达 200mL 时，停止蒸馏。定容至 250mL。采用酸滴定法或纳氏比色法时，以 50mL 硼酸溶液为吸收液；采用水杨酸-次氯酸盐比色法时，改用 50mL 0.01mol/L 硫酸溶液为吸收液。

絮凝沉淀法预处理：取 100mL 水样于具塞量筒或比色管中，加入 1mL 10%硫酸锌溶液和 0.1—0.2mL 25%氢氧化钠溶液，调节 PH 值 10.5 左右，混匀。放置使沉淀，用经无氨水充分洗涤过的中速滤纸过滤，弃去初滤液 20mL。

2. 标准曲线的绘制：吸取 0、0.50、1.00、3.00、5.00、7.00 和 10.0mL 铵标准使用液于 50mL 比色管中，加水至标线，加 1.0mL 酒石酸钾钠溶液，混匀。加 1.5mL 纳氏试剂，混匀。放置 10min 后，在波长 420nm 处，用光程 20mm 比色皿，以水为参比，测定吸光度。由测得的吸光度，减去零浓度空白管的吸光度后，得到校正吸光度，绘制以氨氮含量 (mg) 对校正吸光度的标准曲线。

#### 3. 水样的测定

(1) 分取适量经絮凝沉淀预处理后的水样（使氨氮含量不超过 0.1mg），加入 50mL 比色管中，稀释至标线，加 0.1mL 酒石酸钾钠溶液。

(2) 分取适量经蒸馏预处理后的馏出液，加入 50mL 比色管中，加一定量 1mol/L 氢氧化钠溶液以中和硼酸，稀释至标线。加 1.5mL 纳氏试剂，混匀。放置 10min 后，同标准曲线步骤测量吸光度。

4. 空白试验：以无氨水代替水样，作全程序空白测定。

计算：

由水样测得的吸光度减去空白试验的吸光度后，从标准曲线上查得氨氮含量 (mg)。

$$\text{氨氮 (N, mg/L)} = m \times 1000 / V$$

式中：m——由校准曲线查得的氨氮量 (mg)；

V——水样体积（mL）。

#### 注意事项

1. 纳氏试剂中碘化汞与碘化钾的比例，对显色反应的灵敏度有较大影响。静置后生成的沉淀应除去。
2. 滤纸中常含痕量铵盐，使用时注意用无氨水洗涤。所用玻璃器皿应避免实验室空气中氨的沾污。

## 4 测定仪器介绍

1: 2 部分组成，分光单元，和比色单元，加上测定试剂。