

监测与评价

纳氏试剂分光光度法测定水中氨氮
——显色时间对测试结果的影响朱美华^{1,2}, 葛沐锋^{1,2}, 王庆刚^{1,2}, 申礼鹏^{1,2}

(1.煤炭生态环境保护国家工程实验室,安徽 淮南 232001;

2.煤炭开采国家工程技术研究院,安徽 淮南 232001)

摘要: 为提高纳氏试剂分光光度法测定氨氮的准确度,通过实验研究了显色时间为 5 min、10 min、20 min、30 min、40 min、50 min 的情况下对氨氮测定结果的影响,结果表明,加入纳氏试剂充分摇匀后,显色时间应控制在 10~20 min。

关键词: 纳氏试剂、氨氮、显色时间

中图分类号: X83

文献标识码: A

文章编号: 1006-8759(2018)02-0051-03

**DETERMINATION OF AMMONIA NITROGEN IN WATER
WITH NESSLER'S REAGENT SPECTROPHOTOMETRY:
THE EFFECT OF COLORATION TIME ON TEST RESULTS**

ZHU Mei-hua^{1,2}, GE Shu-feng^{1,2}, WANG Qing-gang^{1,2}, SHEN Li-peng^{1,2}

(1.National Engineering Laboratory of Coal Mine Ecological Environment Protection,

Huainan 232001, China; 2.National Engineering Research Institute of Coal Mining,

Huainan 232001, China)

Abstract: In order to improve the accuracy of ammonia nitrogen determination with Nessler's reagent spectrophotometry, the effect of coloration time (5 min, 10 min, 20 min, 30 min, 40 min, 50 min) on test results was studied. The results show that the coloration time should be kept between 10~20 min after completely mixing.

Key words: Nessler's reagent; Ammonia nitrogen; Coloration time.

氨氮是指水中以游离氨(NH₃)和铵离子(NH₄⁺)形式存在的氮。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氮。

水中的氨氮可以在一定条件下转化成亚硝酸盐,如果长期饮用,水中的亚硝酸盐将和蛋白质结合形成亚硝胺,这是一种强致癌物质,对人体健康极为不利。

氨氮对水生物起危害作用的主要是游离氨,其毒性比铵盐大几十倍,并随碱性的增强而增大。

氨氮毒性与池水的 pH 值及水温有密切关系,一般情况,pH 值及水温愈高,毒性愈强,对鱼的危害类似于亚硝酸盐。氨氮对水生物的危害有急性和慢性之分。慢性氨氮中毒危害为:摄食降低,生长减慢,组织损伤,降低氧在组织间的输送。鱼类对水中氨氮比较敏感,当氨氮含量高时会导致鱼类死亡。急性氨氮中毒危害为:水生物表现亢奋、在水中丧失平衡、抽搐,严重者甚至死亡。因此从上述可以看出,氨氮含量的检测在环境保护中显得尤为重要。

目前氨氮的检测方法主要有纳氏试剂比色法、靛酚蓝分光光度法、水杨酸分光光度法、蒸馏-中和滴定法等,本实验采用的是纳氏试剂分光光度法,因为此法具有简单、快捷、经济、高效等特点。

收稿日期:2018-02-02

第一作者简介:朱美华(1983~),女,工程师,主要从事煤炭生态环境保护方面的环境监测工作。

基金项目:国家重点研发计划项目。

1 纳氏试剂分光光度法测定水质中氨氮的原理

以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂(碘化汞和碘化钾的碱性溶液)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 410~425 nm 范围内测其吸光度,计算其含量。

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

从纳氏试剂测定水中的氨氮的方法可以看出,影响测试结果的有光波波长、显色时间、酸碱度、气泡等因素,现在我们着重就显色时间对测定值的影响进行试验。

在 8 个 50ml 的比色管中,分别加入 2.22、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 和 10.00ml 氨氮标准工作溶液(10 μg/ml),其所对应的氨氮含量分别是 0.00、5.0、10.00、20.00、40.00、60.00、80.00 和 100.00 μg,加无氨水至标线。加入 1.0 ml 酒石酸钾钠,摇匀,再加入纳氏试剂 1.0 ml(碘化汞-碘化钾-氢氧化钠溶液)摇匀,放置 10 min 后,在波长为 420 nm 下,用 10 mm 比色皿,用纯水做参比,测量吸光度。以空白校正后的吸光度为纵坐标,以其对应的氨氮含量(μg)为横坐标,绘制校准曲线。

2 实验试剂及仪器

以氨氮含量(mg)为横坐标 X,以对应的吸光度(A)为纵坐标,绘制水中氨氮含量的定量标准曲线,其线性相关系数 $r=0.9999$ 。

表 1 实验试剂

试剂名称	碘化汞	碘化钾	氢氧化钠	酒石酸钾钠	浓硫酸	氯化铵
纯度等级	分析纯	分析纯	分析纯	分析纯	分析纯	分析纯

表 2 实验仪器

仪器名称	型号	厂家
可见分光光度计	WFJ7200	上海尤尼可有限责任公司

表 3 不同的氨氮含量对应的吸光度

编号	氨氮含量(mg)	吸光度(A)(减去空白水样)
标样 1	0	0
标样 2	0.005	0.018
标样 3	0.01	0.036
标样 4	0.02	0.073
标样 5	0.04	0.141
标样 6	0.06	0.209
标样 7	0.08	0.281
标样 8	0.1	0.347

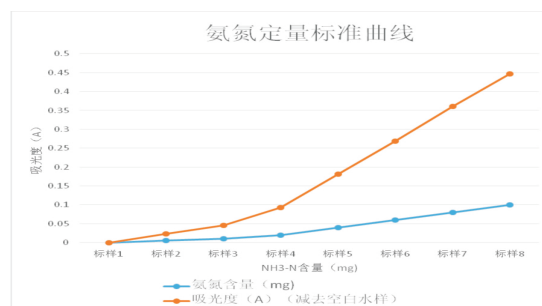


图 1 氨氮标准曲线

3 检验试验的准确度

为了检验试验的准确度,现取 10 ml 标号为 2005101 氨氮有证标准物质用无氨水定容至 250 ml。

分别取上述配制好的质控样 5 ml 于 5 支 50 ml 的比色管中,用无氨水稀释至刻度线,摇匀。加入 1.0 ml 酒石酸钾钠(500 g/l),摇匀,再加入纳氏试剂 1.0 ml,充分摇匀,放置 10 min 后,在波长为 420 nm 下,用 10 mm 比色皿,以水做参比,测量吸光度。

由测的吸光度减去零浓度空白管的吸光度,得到校正后的吸光度,测试结果如下表 4 所示。

表 4 校正后的吸光度

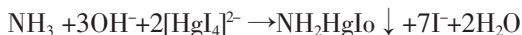
标号	测定的吸光度 (As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量 (mg/l)	平均值 (mg/l)	真值 (mg/l)	绝对误差	相对误差
1	0.043	0.021	1.129				
2	0.043	0.021	1.129				
3	0.043	0.021	1.129	1.1176	1.12	0.0024	0.26%
4	0.042	0.02	1.072				
5	0.043	0.021	1.129				

通过对曲线准确性的检测,证明其具有较高的准确性(相对误差 $\leq 2\%$)。

4 显色时间对用纳氏试剂法测定

为了验证显色时间对测试结果的影响,现用上述配置的曲线来进行实验。

纳氏试剂显色反应的反应式如下:



取适量浓度为 2.72 mg/l 的 200 563 标准物质,用校准后的 PH 计测定 PH 值,用 0.1 mol/l 的 HCL 溶液和 0.1 mol/l 的 NaOH 溶液调整使其 PH=7.0,分别取调整 PH 值后的氨氮标准物质 5 ml、10 ml 置于标样 1、标样 2 的 50 ml 的洁净比色管中,后用无氨水定至刻度线。然后分别加入 1.0 ml 酒石酸钾(500 g/l),摇匀,再加入 1.0 ml 纳氏试剂(碘化汞-碘化钾-氢氧化钠溶液),盖上比色管盖后充分

摇匀,放置 5 min 后,在波长为 420 nm 下,用 10 mm 比色皿,消除皿差后,用纯水做参比,测量吸光度。由测得的吸光度减去零浓度的管吸光度后,得到校正吸光度。

不同氨氮含量显色 5min 时的测定结果如表 5

表 5 显色 5 min 时的测定结果

标号	测定的吸光度(As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量(mg/l)	真值(mg/l)	绝对误差	相对误差(%)
5 ml	0.065	0.043	2.396	2.72	-0.324	-11.9
10 ml	0.193	0.171	4.884	5.46	0.873	10.22

分别取校准后的标准物质(200563)5 ml、10 ml 重复上述实验步骤,显色时间为 10 min 时,测定结果如表 6

表 6 显色 10 min 时的测定结果

标号	测定的吸光度(As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量(mg/l)	真值(mg/l)	绝对误差	相对误差(%)
5 ml	0.070	0.048	2.684	2.72	-0.036	-1.32
10 ml	0.210	0.188	5.374	5.44	-0.066	-1.21

分别取校准后的标准物质(200563)5 ml、10 ml 重复实验步骤,显色时间为 20 min 时,测定结果如下表 7

表 7 显色 20 min 时的测定结果

标号	测定的吸光度(As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量(mg/l)	真值(mg/l)	绝对误差	相对误差(%)
5 ml	0.071	0.049	2.742	2.72	0.022	0.81
10 ml	0.213	0.191	5.431	5.46	0.02	0.37

分别取校准后的标准物质(200563)5 ml、10 ml 重复实验步骤,显色时间为 30 min 时,测定结果如下表 8

表 8 显色 30 min 时测定结果

标号	测定的吸光度(As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量(mg/l)	真值(mg/l)	绝对误差	相对误差(%)
5 ml	0.066	0.044	2.454	2.72	-0.266	9.77
10 ml	0.192	0.170	4.855	5.46	-0.873	10.75

分别取校准后的标准物质(200563)5 ml、10 ml 重复实验步骤,显色时间为 40 min 时,测定结果如下表 9

表 9 显色 40 min 时测定结果

标号	测定的吸光度(As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量(mg/l)	真值(mg/l)	绝对误差	相对误差(%)
5 ml	0.060	0.044	2.109	2.72	-0.611	-22.4
10 ml	0.168	0.171	4.164	5.46	-1.236	-23.4

分别取校准后的标准物质(200563)5 ml、10 ml 重复实验步骤,显色时间为 50 min 时,测定结果如下表 10

表 10 显色 50 min 时测定结果

标号	测定的吸光度(As)	减去空白的吸光度(As)	测定的氨氮含量(mg/l)	真值(mg/l)	绝对误差	相对误差(%)
5 ml	0.050	0.044	1.533	2.72	-1.187	-43.6
10 ml	0.150	0.171	3.646	5.46	-1.794	-32.9

从上述六组实验可以看出显色时间与氨氮测定值的关系如下图 2

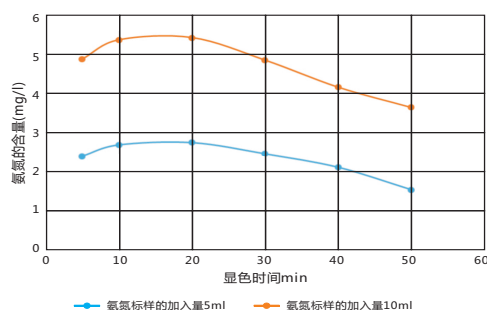


图 2 不同浓度氨氮在不同显色时间后的测定值

只有在加入纳氏试剂 10~20 min 时测定水质中的氨氮,准确度才最高。因此用纳氏试剂分光光度法测定水质中的氨氮含量时,应该严格把握显色时间,这样才能得出较为准确的测定结果。

5 氨氮在水质检测中的重要意义

氨氮监测对分析水质污染源有重要意义:氨氮检测能分析水质中的氨和氮的指标,进而能达到分析污染源大致成分的目的。

氨氮检测对提高水质监测的准确性十分重要:从氨氮的检测结果可以看出水质监测是否具有准确性,从而达到提升水质监测水平的目的。

6 结语

氨氮检测做为水质监测的一项重要指标,直接反映了水质的受污染程度,因此对其含量的测定显得尤为重要。纳氏试剂分光光度法测定水质中的氨氮含量相对具有较为安全、高效、便捷的优点,而此方法的核心就在于色度的影响,加入纳氏试剂后测试样的显色时间的长短就决定了测试结果的准确度。从本文的叙述可以看出,加入纳氏试剂充分摇匀后,显色时间在 10~20 min 时,测试结果才最准确。应严格控制测试水样的显色时间。

参考文献

- [1] 邓翔. 水质监测中氨氮测定的影响因素分析--《资源节约环保》2014. 第 4 期
- [2] 国家环境保护总局. 水和废水分析方法--中国环境科学出版社. 2002
- [3] 夏玉宇. 化验员实用手册--化学工业出版社第三版. 2011
- [4] 水质 氨氮的测定纳氏试剂分光光度法--中华人民共和国国家环境保护标准 HJ535-2009
- [5] 尹洧. 现代分析技术在水质监测中的应用--中国无机分析化学. 2013