

# 纳氏比色法与蒸馏-中和滴定法测定地表水中氨氮的对比

冀淑芬

中国神华煤制油化工有限公司鄂尔多斯煤制油分公司质量检验中心 内蒙古鄂尔多斯 017209

**摘要:** 针对地表水中氨氮含量测定方法的选择一直存在很大的争议, 常见的测定氨氮的方法有纳氏比色法、水杨酸分光光度法、蒸馏-中和滴定法、选择电极法和气相分子吸收法等。因地表水氨氮含量相对较小, 所以依据方法标准中的检出限及范围, 本文以蒸馏-中和滴定法与纳氏比色法对地表水中氨氮的测定结果进行比较和分析。经证实纳氏比色法更适合地表水及部分低含量水样的氨氮测定, 它具有操作简便, 节能高效, 测定结果准确度高, 重复性好等特点。

**关键词:** 纳氏比色法; 地表水; 检出限; 准确度

## Comparison of Nessler Colorimetry and Distillation-Neutralization Titration for Determination of Ammonia Nitrogen in Surface Water

Shufen Ji

China Shenhua Coal-to-Liquid Chemical Co., Ltd., Ordos Coal-to-Liquid Branch Quality Inspection Center, Ordos, Inner Mongolia 017209

**Abstract:** There has been a lot of controversy on the choice of the method for the determination of ammonia nitrogen in surface water. Common methods for the determination of ammonia nitrogen include Nessler colorimetry, salicylic acid spectrophotometry, distillation-neutralization titration, selective electrode method and gas phase method. Molecular absorption method, etc. Because the ammonia nitrogen content in surface water is relatively small, according to the detection limit and range in the method standard, this paper compares and analyzes the determination results of ammonia nitrogen in surface water by distillation-neutralization titration method and Nessler colorimetric method. It has been confirmed that the Nessler colorimetric method is more suitable for the determination of ammonia nitrogen in surface water and some low-content water samples.

**Keywords:** Nessler colorimetry; Surface water; Detection limit; Accuracy

### 引言:

随着人们对环境监测的日益加强, 地表水的污染问题尤为为重要, 事关民生大计和一方百姓的安全健康。而氨氮作为评价地表水质的重要指标, 准确高效的测定方法必不可少。氨氮在水体中主要以游离氨( $\text{NH}_3$ )和铵

盐( $\text{NH}_4^+$ )的形式存在, 水体中氨氮超标可以造成水体的富营养化, 从而对生态环境造成污染。所以针对地表水中氨氮含量的特点, 相比与蒸馏-中和滴定法, 纳氏比色法具有节能高效, 结果准确稳定等优势。

### 一、实验部分

#### 1.1 实验原理

1.1.1 纳氏试剂分光光度法: 以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成淡红棕色络合物, 该络合物的吸光度与氨氮含量成正比, 于波长420nm处测量吸光度。

**作者简介:** 冀淑芬(1990-), 女, 内蒙古乌兰察布市人, 大学本科学历, 现就职于中国神华煤制油化工有限公司鄂尔多斯煤制油分公司质量检验中心, 主要从事出厂的成品油样和环保水质的分析检验工作。

1.1.2蒸馏-中和滴定法：在加入试样的样品管中加入20%的氢氧化钠，让铵盐变成氨，再用热的水蒸气将氨蒸馏出来后直接用2%的硼酸溶液将蒸出的NH<sub>3</sub>吸收，其反应式为NH<sub>3</sub>+H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>=NH<sub>4</sub>BO<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>O，然后以硼酸的PH值作为滴定终点，用盐酸标准溶液进行滴定。滴定反应式为HCL+NH<sub>4</sub>BO<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>O=NH<sub>4</sub>CL+H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>用电位滴定判断终点从而计算出样品中的游离氨含量（以氮计）。

### 1.2实验主要仪器和试剂

1.2.1紫外可见分光光度计：Uvmini-1240，日本岛津（含10mm比色皿）。

1.2.2全自动氨氮蒸馏仪：360凯氏定氮仪，瑞士步琦。

1.2.3电位滴定仪：877Titration plus，瑞士万通。

1.2.4纳氏试剂；碘化汞-碘化钾-氢氧化钠（HgI<sub>2</sub>-KI-NaOH）溶液。

1.2.5酒石酸钾钠溶液：ρ=500g/L。

1.2.6硫酸锌溶液：ρ=100g/L。

1.2.7氢氧化钠溶液：ρ=250g/L。

1.2.8硼酸溶液：浓度2%。

1.2.9氢氧化钠溶液：浓度20%。

1.2.10二级水：参照GB/T 6682-2008符合国家实验室用水要求。

### 1.3纳氏比色法实验步骤

#### 1.3.1纳氏试剂的配制

碘化汞-碘化钾-氢氧化钠（HgI<sub>2</sub>-KI-NaOH）溶液：称取16.0g NaOH，溶于50mL水中，称取7.0g KI和10.0g HgI<sub>2</sub>，溶于水中，然后将此溶液在搅拌下，缓慢加入到上述50mL NaOH溶液中，用水稀释至100mL。贮于聚乙烯瓶内，用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧，于暗处存放。

#### 1.3.2酒石酸钾钠溶液的配制

称取50.0g酒石酸钾钠（KNaC<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>-4H<sub>2</sub>O）溶于100mL水中，加热煮沸以驱除氨，充分冷却后稀释至100mL。

#### 1.3.3絮凝沉淀

取100mL样品中加入1mL ZnSO<sub>4</sub>溶液和0.1mL ~ 0.2mL NaOH溶液，调节PH约为10.5，混匀，放置使之沉淀，倾取上清液分析。必要时，用经水冲洗过的中速滤纸过滤，弃去初滤液20ml。也可对絮凝后样品离心处理。

#### 1.3.4校准曲线

在8个50ml比色管中，分别加入0.00ml、0.50ml、

1.00mL 2.00mL、4.00mL、6.0ml、8.00mL和10.00mL氨氮标准工作溶液，其所对应的氨氮含量分别为0.0μg、5.0μg、10.0μg、20.0μg、40.0μg、60.0μg、80μg和100μg，加水至标线。加入1.0mL酒石酸钾钠溶液摇匀，再加入纳氏试剂1.5ml或1.0ml摇匀。放置10min后，在波长420nm下，用10mm比色皿，以二级水作参比，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。

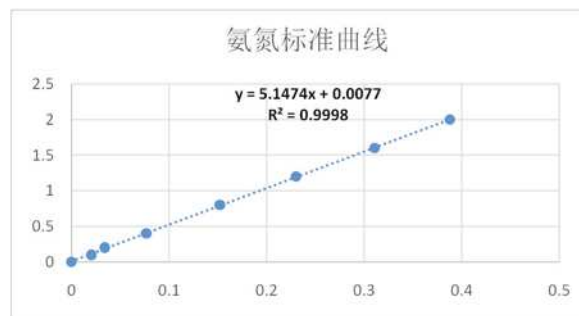


图1

#### 1.3.5清洁水样

直接取50mL，按与校准曲线相同的操作步骤测量吸光度。

\*有悬浮物或色度干扰的水样：取经预处理的水样50mL（若水样中氨氮浓度超过2mg/L，可适当少取水样体积），按与校准曲线相同的步骤测量吸光度。

#### 1.3.6结果计算

$$\rho_N = \frac{A_y - A_b - a}{b \times V}$$

$\rho_N$ ——水样中氨氮的质量浓度，mg/L，以氮计；

$A_s$ ——水样的吸光度；

$A_b$ ——空白试验的吸光度；

$a$ ——校准曲线的截距；

$b$ ——校准曲线的斜率；

$V$ ——试样体积，ml；

#### 1.4蒸馏-中和滴定法实验步骤

1.4.1取与试样等量的二级水，做空白实验。

1.4.2在加入试样的试管管中加入过量的20%氢氧化钠溶液，在接收器中加入2%的硼酸溶液。

1.4.3然后以硼酸的PH值作为滴定终点，用盐酸标准溶液进行滴定。

1.4.4最后通过消耗盐酸标准溶液的量计算出样品中的游离氨含量（以氮计），再减去空白量，得出最终结果。

1.4.5 结果计算

$$C_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14.01 \times 1000$$

$C_N$ ——水样中氨氮的质量浓度, mg/L, 以氮计;

$V$ ——试样的体积, ml;

$V_s$ ——滴定式样所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, ml;

$V_b$ ——滴定空白所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, ml;

$c$ ——滴定用盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

14.01——氮的原子量, g/mol;

二、实验结果对比

2.1 纳氏比色法与蒸馏-中和滴定法测定5个水样的结果对比, 如表1。

表1

样品名称	GT2		GT3		ZK6		ZK3		ZK2	
	纳氏法	蒸馏法	纳氏法	蒸馏法	纳氏法	蒸馏法	纳氏法	蒸馏法	纳氏法	蒸馏法
1 (mg/L)	0.21	0.29	0.31	0.38	3.08	3.15	0.64	0.71	0.44	0.52
2 (mg/L)	0.22	0.28	0.28	0.41	2.94	3.08	0.61	0.67	0.41	0.45
3 (mg/L)	0.24	0.29	0.29	0.34	3.12	3.18	0.65	0.69	0.45	0.51
4 (mg/L)	0.23	0.27	0.27	0.39	2.98	3.21	0.62	0.75	0.43	0.55
5 (mg/L)	0.21	0.31	0.32	0.43	3.19	3.12	0.67	0.79	0.39	0.49
6 (mg/L)	0.21	0.29	0.29	0.37	3.12	3.22	0.64	0.72	0.42	0.56
平均结果 (mg/L)	0.22	0.29	0.29	0.39	3.07	3.16	0.64	0.72	0.42	0.51

2.2 测定结果的准确度对比 (方法的准确度应在规定的测试范围内进行测试):

准确度的高低常用误差来衡量, 即误差越小准确度越高, 误差越大准确度越低。通过对地表水样的测定, 我们发现纳氏比色法的误差明显小于蒸馏-中和滴定法。

三、结论

实验表明, 针对地表水中氨氮含量特点, 与蒸馏-中和滴定法相比, 纳氏比色法具有结果准确度高, 稳定性好等优势。另外相比与蒸馏法中需要持续高能的水蒸

汽, 纳氏比色法更佳节能高效。结合实验数据和两个方法的具体规程, 蒸馏法适合测定氨氮含量高于2.0mg/L的水样, 纳氏比色法适合测定氨氮含量低于2.0mg/L的水样。

参考文献:

[1]郭晓颖. 纳氏法和水杨酸盐法测定氨氮的对比. 东莞市东江水务有限公司, 化工管理, 2016  
[2]孙永秀. 用纳氏试剂测定氨氮影响因素及解决办法[J]. 山西建筑, 2010年03期