

# NH-4N 操作说明书

仪器出厂前已经标定过，用户可按下列方法直接测定样品中的氨氮含量：

- 1、开机预热 30min。
- 2、分别吸取 5mL 蒸馏水（空白）或待测样品置于清洗干净的专用比色管中，然后分别加入 0.1ml 酒石酸钾钠溶液（2 滴）和 0.15ml 纳氏试剂（3 滴），加盖摇匀。静置 10 分钟后擦拭干净等待测量。
- 3、首先将空白专用比色管按方向（即比色管上方向条对准比色孔上方向条）插入测定仪的比色孔中，按“测试空白”键，待空白信号值稳定后，按“确认”键确认，然后，取另一支装有待测样品的专用比色管放入比色孔中，按“测试样品”键，仪器显示该样品氨氮浓度值(mg/L)。
- 4、放入下一个样品，直至测试完毕。

## 仪器操作

### 一、仪器概述

氨氮（ $\text{NH}_3\text{-N}$ ）以游离氨（ $\text{NH}_3$ ）或铵盐（ $\text{NH}_4^+$ ）形式存在于水中，两者的组成比取决于水的 PH 值和水温。当 PH 值偏高时，游离氨的比例高。反之，则铵盐的比例高，水温则相反。水中氨氮的来源主要为生活污水中含氮有机物受微生物作用的分解产物，某些工业废水，如焦化废水和合成氨化肥厂废水等，以及农田排水。此外，在无氧环境中，水中存在的亚硝酸盐亦可受微生物作用，还原为氨。在有氧环境中，水中氨亦可转变为亚硝酸盐，甚至继续转变为硝酸盐。测定水中各种形态的氮化合物，有助于评价水体被污染和“自净”状况。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。

本仪器采用纳氏比色法测量水中的氨氮，该方法具有操作简便、灵敏度高等特点。其原理是：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黄棕色络合物，该络合物的色度与氨氮的含量成正比。水中钙、镁和铁等金属离子、硫化物、醛和酮类、颜色，以及混浊等均干扰测定，需作相应的预处理。

此方法可以用于：地表水、工业废水、生活污水等水质的测量。

### 二、技术指标

- 1、测量范围：0.02-10mg/L
- 2、基本误差： $\pm 3\%$ (F.S)
- 3、最低检出限：0.01mg/L
- 5、工作温度：5~35℃
- 6、外形尺寸：282mm×237mm×102mm

7、重量：2.2kg

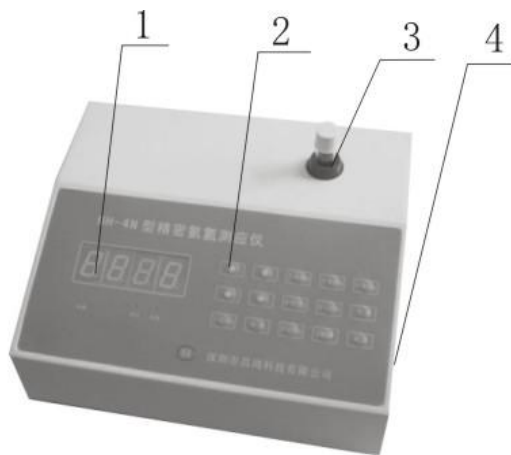
8、正常使用条件：

(1) 环境温度：5~40℃ (2) 相对湿度：≤85%

(3) 供电电源：AC(220±22)V；(50±0.5) Hz

(4) 无显著的振动及电磁干扰，避免阳光直射。

### 三、仪器结构



图一 外形示意图

1、显示屏

2、键盘：

(1) ↑、↓、←、→键：用在设定及标定操作时移动光标。

(2) 选择曲线：选择一条所需曲线进行样品的测定（仪器可存5条工作曲线）。

(3) 查询曲线：工作曲线  $C = K \times A + b$ ，按些键可查询曲线的 K 值（斜率）、b 值（截距）及 r 值（相关系数）。

(4) 结束标定：标定结束后，按此键仪器内部自动进行计算，并保存曲线方程及相关系数。

(5) 输入曲线：手动输入最小二乘法标准曲线。

(6) 取消：当进行一项操作未完成时，可把刚进行的操作取消。

(7) 确认键：对设定、标定及测量等操作的确认。

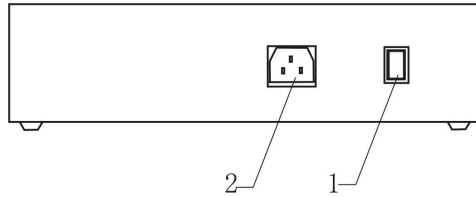
(8) 测试空白：进行样品空白值的测定

(9) 测试样品：进行实际样品的测定。

3、比色孔

4、标定/测量拨动开关：工作曲线的标定及样品测试切换开关。

5、后面板结构



图二 后面板示意图

①电源开关

②电源插座

## 四、仪器使用

### (一) 开机

连接好 220V 交流电压电源线，检查无误后打开电源开关。测定样品前仪器必须预热半小时。

### (二) 样品的测量

- 1、将“标定/测量拨动开关”置于测量处，仪器显示 1（表示仪器现在使用的工作曲线为第 1 条），按“选择曲线”键，然后用键头选择所需的标准曲线序号，按“确认”键确认。
- 2、将装有空白样的专用比色管按方向插入比色孔，按“测试空白”键，显示空白的信号值，待读数稳定后，按“确认”键予以确认。
- 3、将装有样品的专用比色管按方向插入比色孔，按“测试样品”键，仪器显示该样品的氨氮浓度值，待读数稳定后，按“确认”键予以确认，并保存在仪器内。
- 4、重复第 3 步直至测定完全部样品。

### (三) 曲线标定

- 1、将“标定/测量拨动开关”置于标定处，仪器显示 00.00。
- 2、将装有空白样的专用比色管插入比色孔，按“确认”键，显示空白的信号值，待读数稳定后，按“确认”键予以确认，仪器自动调零。
- 3、将装有 1 号标样的专用比色管插入比色孔，按键头键输入标样的浓度值，然后按“确认”键，显示该标样的吸光值，待读数稳定后，按“确认”键予以确认。
- 4、重复第 3 步操作，分别标定其余标样，直至全部标样标定完后，按“结束标定”键结束标定，仪器自动算出标准曲线方程并显示 r 值（9.9. x.x 表示 r 值为 0.99 x x）。输入该曲线序号(I=1-5)，按“确认”键保存该曲线于仪器内。

### (四) 查询曲线

仪器可贮存 5 条工作曲线，工作曲线方程： $C = K \times A + b$ 。按“查询曲线”键，

用键头键输入要查询曲线的序号，仪器先显示该曲线的 K 值（K 为斜率，其值在 1.0~9999.9 之间），按“确认”键，显示 b 值为正值或负值，按“确认”键，显示 b 值（b 为截距，其值在 -999.9~999.9 之间），再按“确认”键，显示 r 值（r 为相关系数，其值在 0~1 之间）。

## 分析操作

### 一、试剂配制

- 1、无氨水（按 GB7479-87 制备）或新鲜蒸馏水。
- 2、纳氏试剂：称取 16g 氢氧化钠，溶于 50mL 水中，冷至室温。  
称取 7g 碘化钾和 10g 碘化汞，溶于水中，然后将此溶液在搅拌下，缓慢地加入到氢氧化钠溶液中，并稀释至 100mL。贮于棕色瓶内，用橡皮塞塞紧。于暗处存放，有效期可达一年（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）。
- 3、酒石酸钾钠溶液：称取 50g 酒石酸钾钠，溶于 100mL 水中，加热煮沸，以驱除氨，充分冷却后稀释至 100mL。
- 4、铵标准贮备液：称取 3.819g（100℃干燥 2 小时）氯化铵（优级纯）溶于水中，移入 1000ml 容量瓶中，稀释至标线。此溶液每升含 1000mg 氨氮。
- 5、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。此溶液每升含 10mg 氨氮。（现配现用）

### 二、分析步骤

#### 1、水样的测定

分别吸取 5.00 mL 无氨水（空白）和 5ml 经絮凝沉淀预处理后的水样（使氨氮含量不超过 10.0mg/L），分别加入专用比色管中，各加 0.1ml 酒石酸钾钠溶液（可用胶头滴管加入 2 滴），再各加入 0.15ml 纳氏试剂（可用胶头滴管加入 3 滴），混匀。放置 10min 后，用上述步骤测得的标准曲线，于仪器上进行测定水样氨氮浓度。

#### 2、工作曲线

吸取 0、0.20、0.50、1.00、2.00、4.00 和 5.00ml 铵标准使用液于 10ml 专用比色管中，用无氨水补足到 5ml（相应的氨氮值为：0、0.40、1.00、2.00、4.00、8.00、10.00mg/L），加 0.1ml 酒石酸钾钠溶液，混匀。加 0.15ml 纳氏试剂，混匀。放置 10min 后，于仪器上进行曲线标定。

### 三、干扰及其消除

样品中含有悬浮物、余氯、钙镁等金属离子、硫化物和有机物时，对比色测定

有干扰，处理方法如下：

#### 1、除余氯

加入适量的硫代硫酸钠溶液（0.35%），每0.5mL可除去0.25mg余氯。也可用淀粉-碘化钾检验是否除尽。

#### 2、凝聚沉淀

取100mL水样加入1mL 10%硫酸锌溶液和0.1~0.2mL 25%氢氧化钠溶液，调节pH值至10.5左右，混匀。放置使其沉淀，用经无氨水充分洗涤过的中速滤纸过滤，弃去初滤液20mL。

#### 3、络合掩蔽

加入酒石酸钾钠溶液，可消除钙镁等金属离子的干扰。

#### 4、蒸馏法

用凝聚沉淀和络合掩蔽后，样品仍浑浊和带色，则采用蒸馏法。

调节水样的pH使在6.0~7.4的范围，加入适量氧化镁使呈微碱性，蒸馏释出的氨被吸收于硼酸溶液中。

(1) 蒸馏装置：由500mL凯氏烧瓶及防喷头和一个垂直放置的直形冷凝管组装而成。冷凝管末端可连接一适当长度的滴管，使出口尖端浸入吸收液液面下约2cm。

#### (2) 试剂：

① 硼酸吸收液：20g/L 溶液

② 1mol/L 盐酸溶液

③ 氢氧化钠溶液：40g/L 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

#### (3) 步骤：

① 蒸馏装置的预处理：加250mL水于凯氏烧瓶中，加0.25g轻质氧化镁和数粒玻璃珠，加热蒸馏，至馏出液不含氮为止，弃去瓶内残液。

② 将50mL硼酸吸收液移入接收瓶内，确保冷凝管出口在硼酸溶液液面之下。

③ 分取250mL水样（如氨氮含量较高，可分取适量并加水至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。

#### (4) 注意事项

① 蒸馏时应避免发生暴沸，否则可造成馏出液温度升高，氨吸收不完全。

② 防止在蒸馏时产生泡沫，必要时可加入少许石蜡碎片于凯氏烧瓶中。

#### 5、低pH下煮沸

蒸馏时，某些有机物很可能与氨同时被馏出，对测定仍有干扰，其中有些物质（如甲醛）可在比色前于低pH下采用煮沸而除之。

## 四、水样的保存

水样采集在聚乙烯瓶或玻璃瓶内，并应尽快分析，必要时可加硫酸将水样酸化至  $\text{pH} < 2$ ，于  $2 \sim 5^\circ\text{C}$  下存放。酸化样品应注意防止吸收空气中的氨而遭致污染。

## 五、注意事项

如装有空白的比色管插入比色孔后，测定空白显示“0000”，可能是比色管已受损，请更换新的比色管。

# 装箱清单

序号	名称	单位	数量	备注
1	主机	台	1	
2	电源线	根	1	
3	专用比色管	支	10	
4	保险丝	只	1	置于电源插座下保险后备槽
5	使用说明书	份	1	
6	产品合格证	份	1	
7	保修卡	份	1	