



任务导入



一大型超市内不少市民推 车购物车前来大量购买饮用水,部 分柜台的桶装水被一抢而空,出现 售空的场面。 2014年4月24日,汉江武汉段出现水质氨氮超标据了解,检测出的汉江武汉段水质氨氮值为1.59mg/L,超过1mg/L的国家标准。



2.任务剖析

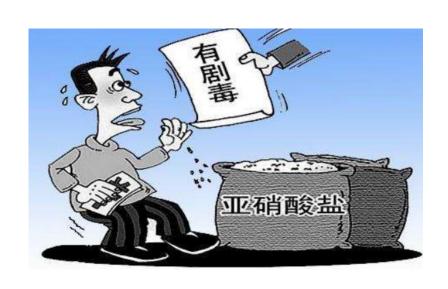
2.1危害介绍

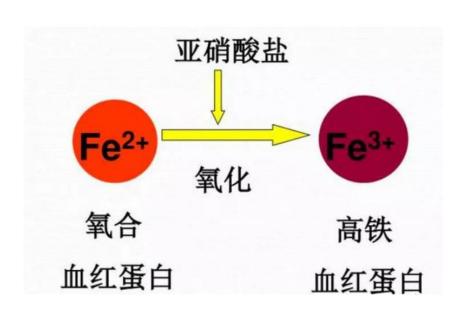
危害介绍



(1) 对人体危害

氨在自然环境中会进行氨的硝化过程,氨氮在水体中硝化作用的产物硝酸盐和亚硝酸盐对饮用水有很大危害。硝酸盐和亚硝酸盐浓度高的饮用水可能对人体造成两种健康危害,长期饮用对身体极为不利,即诱发高铁血红蛋白症和产生致癌的亚硝胺。硝酸盐在胃肠道细菌作用下,可还原成亚硝酸盐,亚硝酸盐可与血红蛋白结合形成高铁血红蛋白,造成缺氧。





危害介绍



(2) 对生态环境危害

氮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。鱼类对水中氨氮比较敏感。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;损害鳃的离子交换功能;降低生殖能力,减少怀卵量,降低卵的存活率,延迟产卵繁殖。急性氨氮中毒危害为:水生生物表现为亢奋、在水中丧失平衡、抽搐,严重者甚至死亡。





2.2. 标准解读

标准解读





中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 535-2009 代替 GB 7479—87

水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

Water quality-Determination of ammonia nitrogen -Nessler's reagent spectrophotometry

HJ 535——2009

2009-12-31 发布 2010-04-01 实施

环境保护部发布

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 536-2009 代替 GB 7481-87

水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法

Water quality-Determination of ammonia nitrogen -Salicylic acid spectrophotometry

2010-04-01 实施 2009-12-31 发布

环境保护部发布

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/ T 195 — 2005

水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法

Water quality-Determination of ammonia-nitrogen Gas-phase molecular absorption spectrometry

HJ 536——2009 HJ/T 195——2005

2005-11-09 发布

2006-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 537-2009 代替 GB 7478-87

水质 氨氮的测定 蒸馏-中和滴定法

Water quality-Determination of ammonia nitrogen -Distillation-neutralization titration

HJ 537—2009

2009-12-31 发布

2010-04-01 实施

环境保护部发布

标准解读



HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 535-2009

水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

Water quality—Determination of ammonia nitrogen
—Nessler's reagent spectrophotometry

2009-12-31 发布

2010-04-01 实施

环境保护部发布

纳氏试剂比色 法具操作简便、灵敏等 特点。

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。

3.测前必备



3.1实验原理

TER

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,才颜色在较宽的波长内其强烈吸收。通常测量用波长在410~425 nm 范围。

 $\overline{NH_3} + 2K_2(\overline{Hgl_4}) + 3KOH^{\rightarrow} NH_2Hg_2O \downarrow = 7KI + 2H_2O$



3.2备仪器、试剂



仪器:



分光光度计



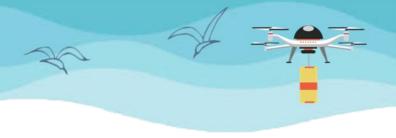
pH计

试剂:

- 1.纳氏试剂
- 2.酒石酸钾钠溶液
- 3. 氨标准贮备液
- 4. 氨标准使用液

4.情景实练

4.1实验步骤



- 1.水样的预处理
- 2.配置氨氮标准溶液
- 3.比色定量
- 4.绘制标准曲线,求回归方程
- 5.计算所测水样氨氮的含量。

4.1实验步骤



配置氨氮标准溶液和样品管

管号	0	1	2	3	4	5	6	样品1	样品2	样品3	空白
加标液 (m1)	0.00	0. 50	1. 00	3.00	5. 00	7. 00	10.00	?	?	?	?
加蒸馏水至刻度线											
氨氮含 量(μg)	0.00	5. 00	10.00	30.00	50. 00	70. 00	100.00	待测	待测	待测	待测

加入1.0m1酒石酸钾钠溶液,混匀。

加入1.5m1纳氏试剂,混匀,静止10min。

在波长420nm处,以水为参比,测量吸光度。

5.查漏补缺

5. 查漏补缺

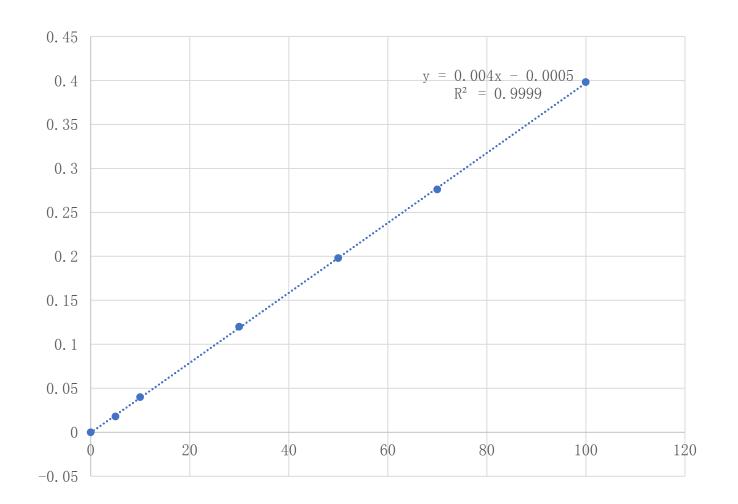
- 在氨氮测定时,水样中若含钙、镁、铁等金属离子会干扰测定,可加入络合剂或预蒸馏消除干扰。纳氏试显色后的溶液颜色会随时间面变化,所以必须在较短时间内完成比色操作。
- 亚硝酸盐是含氮化合物分解过程中的中间产物,很不稳定,采样后的水样应 尽快分析。
- 可溶性有机物、亚硝酸盐、+6价铬和表面活性剂均干扰硝酸盐氮的测定。可溶性有机物用校正法消除:亚硝酸盐干扰可用氨基磺酸法消除;+6价铬和表面性剂可制备各自的校正曲线进行校正。
- 实验环境对氨氮的测定结果影响很大,比如总硬度、挥发酚、亚硝酸盐氮等项目测试中均使用氨水,而氨水的挥发性又非常强,这些项目对氨氮的测定必然会产生交叉污染,纳氏试剂吸收空气中的氨必将导致空白值及测试结果偏高。

6.总结评价

结果计算



序号	质量 /µ g	吸光度	校正吸 光度
1	0	0.044	0.00
2	0.50	0.062	0.018
3	1.00	0.084	0.040
4	3.00	0. 164	0. 120
5	5. 00	0. 242	0. 198
6	7. 00	0. 320	0. 276
7	10.00	0. 442	0. 398



结果计算

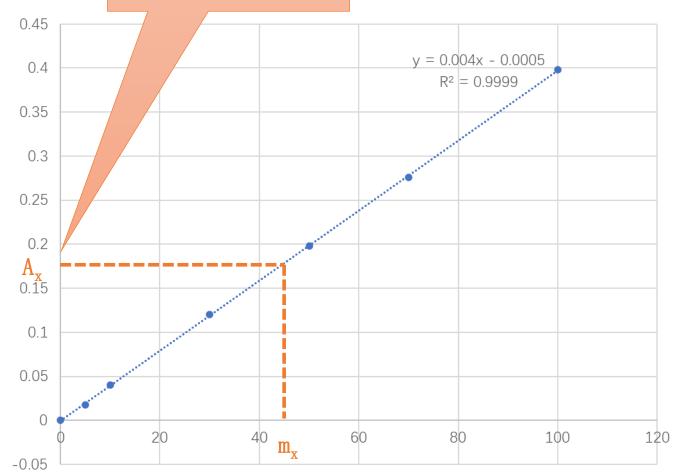


由水样测得的吸 光度减去空白实验的吸 光度后,从校准曲线上 查得氨氮含量(µg)

氨氮 (mg/L) =m_x/V

m_x——由校准曲线查得的 氨氮量 (μ g) V——水样体积 (ml)

$A_x = A - A_{空白}$





课后任务



- 1. 酒石酸钾钠溶液加入的目的, 其他干扰去除方式?
- 2. 比色皿使用注意事项?
- 3. 测定吸光度值的时候,是否每次都需要使用参比溶液?