

**HZ-HJ-SZ-0136**

水质—氨氮的测定—电极法（试行）

**1 范围**

本方法可用于测定饮用水、地面水、生活污水及工业废水中氨氮的含量。色度和浊度对测定没有影响，水样不必进行预蒸馏。标准溶液和水样的温度应相同，含有溶解物质的总浓度也要大致相同。

挥发性胺产生正干扰；汞和银因同氨络合力强而有干扰；高浓度溶解离子影响测定。

方法的最低检出浓度为 0.03mg/L 氨氮；测定上限为 1400mg/L 氨氮。

**2 原理**

氨气敏电极为一复合电极，以 pH 玻璃电极为指示电极，银-氯化银电极为参比电极。此电极对置于盛有 0.1mol/L 氯化铵内充液的塑料套管中，管端部紧贴指示电极敏感膜处装有疏水半渗透薄膜，使内电解液与外部试液隔开，半透膜与 pH 玻璃电极间有一层很薄的膜。当水样中加入强碱溶液将 pH 提高到 11 以上，使铵盐转化为氨，生成的氨由于扩散作用通过半透膜(水和其他离子则不能通过)，使氯化铵电解质液膜层内  $\text{NH}_4^+ = \text{NH}_3 + \text{H}^+$  反应向左移动，引起氢离子浓度改变，由 pH 玻璃电极测得其变化。在恒定的离子强度下，测得的电动势与水样中氨氮浓度的对数呈一定的线性关系。由此，可从测得的电位值确定样品中氨氮的含量。

**3 试剂**

所有试剂均用无氨水配制。

3.1 铵标准贮备液： $C_N = 1.00\text{mg/mL}$ 。称取 3.819 氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ，在  $100\sim 105^\circ\text{C}$  干燥 2h)，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。

3.2 100、10、1.0、0.1mg/L 的铵标准使用液：参照 3.1 配制或用铵标准贮备液稀释配制。

3.3 电极内充液：0.1mol/L 氯化铵溶液。

3.4 氢氧化钠(5mol/L)- $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ (0.5mol/L)混合溶液，贮于聚乙烯瓶中。

**4 仪器**

4.1 离子活度计或带扩展毫伏的 pH 计。

4.2 氨气敏电极。

4.3 电磁搅拌器。

**5 操作步骤**

**5.1 仪器和电极的准备**

按使用说明书进行，调试仪器。

**5.2 校准曲线的绘制**

吸取 10.00mL 浓度为 0.1、1.0、10、100、1000mg/L 的铵标准溶液于 25mL 小烧杯中，浸入电极后加入 1.0mL 氢氧化钠- $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  溶液，在搅拌下，读取稳定的电位值(在 1min 内变化不超过 1mV 时，即可读取)。在半对数坐标线上绘制  $E\text{-log}c$  的校准曲线。

**5.3 水样的测定**

吸取 10.00mL 水样，以下步骤与校准曲线绘制相同。由测得的电位值，在校准曲线上直接查得水样中的氨氮含量(mg/L)。

**6 精密度与准确度**

七个实验室分析含 14.5mg/L 氨氮的统一分发的加标地面水。实验室内相对标准偏差为 2.0%；实验室间总相对标准偏差为 5.2%；相对误差为-1.4%。

注意事项：

(1) 绘制校准曲线时，可以根据水样中氨氮含量，自行取舍三或四个标准点。

(2) 实验过程中，应避免由于搅拌器发热而引起被测溶液温度上升，影响电位值的测定。

(3) 当水样酸性较大时，应先用碱液调至中性后，再加离子强度调节液进行测定。

(4) 水样不要加氯化汞保存。

(5) 搅拌速度应适当，不使形成涡流，避免在电极处产生气泡。

(6) 水样中盐类含量过高时，将影响测定结果。必要时，应在标准溶液中加入相同量的盐类，以消除误差。

## 7 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 259~260，中国环境科学出版社，北京，1997。