

# 便携氨氮仪操作说明书

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值含量：

- 1、分别吸取 5mL 蒸馏水（空白）或待测样品澄清液置于清洗干净的专用比色管中（若样品浓度超过 5mg/L，吸取待测样品 1mL，再补加蒸馏水至 5mL），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。
- 2、新机请先装上电池，按“返回/⊙”键打开电源开关。
- 3、按“曲线”键，利用上下箭头键选择所需的标准曲线序号（曲线 1 为测定范围为 0~5mg/L、曲线 2 为测定范围为 5~25mg/L，请用用户按样品的范围选取），按“确认”键确认。
- 4、首先将空白专用比色管上竖线对准比色计上 1 号线方向插入测定仪的比色孔中。按“空白”键，待空白信号值稳定后，再按“确认”键确认。
- 5、取另一支装有待测样品的比色管上竖线对准比色计上 1 号线方向插入比色孔中，按“测量”键，仪器显示样品的氨氮浓度值(mg/L)。

## 仪器操作

### 一、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。

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。

该仪器广泛适用于环境监测、污水处理及大专院校、科研单位等部门。

本仪器具有以下优点：

1. 高性能超低功耗 16 位单片机，仪器待机时间可达 6 个月以上。
2. LCD 大屏液晶显示，操作方便直观。
3. 仪器方便小巧，方便携带现场检测

4. 可保存标准曲线 20 条及 199 个测定值（含带时间标签年、月、日、时、分、秒的氨氮值、吸光值及透光率）
5. 冷光源、窄带干涉光学系统，光学稳定性好。
6. 数据断电保护功能。
7. 主机机壳采用模压 ABS 材料，IP65 设计，防腐防水防尘性能好。

## 二、 原理

氨氮测定原理是：以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与钠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。

## 三、 仪器主要技术指标

1. 测量范围：0.02~25mg/L（分为二个量程： 0~5mg/L、5~25mg/L）。（超量程可稀释后测定）
2. 示值误差：≤±3%(F.S)
3. 重复性：≤3%
4. 光学稳定性：仪器吸光值在 20min 内漂移小于 0.002A
5. 外形尺寸：80mm×230mm×55mm
6. 重量： 500g
7. 正常使用条件：
  - (1) 环境温度：5~40℃
  - (2) 相对湿度：≤85%
  - (3) 供电电源：4 节 5 号电池
  - (4) 无显著的振动及电磁干扰，避免阳光直射。

## 四、 仪器结构



图一 外形示意图

1. 比色孔
2. 液晶显示屏
3. COD 仪键盘
  - 1) 曲线：查询曲线或测量样品时选择所需标准曲线序号
  - 2) 设置：为系统功能选项。分别为 1.设置日期、2.设置时间、3.设置定时时间  
4.删除全部记录（DELAL）、5.删除部分记录（DELPT）、6.删除用户曲线（DELUP）。
  - 3) 标定：利用配制的标准溶液采取最小二乘法进行标准曲线标定。
  - 4) 日期：显示当前年、月、日及在查询记录状态下按此键可显示当前查询记录的测定日期。
  - 5) 时间：显示当前时、分、秒及查询记录状态下按此键可显示当前查询记录的测定时间。
  - 6) C/A/T：在测量和查询状态下，可切换显示样品浓度（mg/L）/吸光值/透光率(%)的值。
  - 7) 存储：在测量状态下，按此键可将样品的浓度/吸光值/透光率三种状态的测量值存入仪器，存储总量为 199 个。
  - 8) 查询：查询测定历史记录值。在此状态下按上下键头键可逐个查询记录，当数据较多时可“长按”上下键头以 10 个数字序号跳转。
  - 9) 空白：进行样品空白值的测定。
  - 10)打印：配置便携式打印机可实现记录的打印功能。
  - 11)测量：进行实际样品的测定。
  - 12)定时：作为一般定时器用，其时间为“设置”功能中的“设置定时时间”。
  - 13)返回/⊙：在任一操作状态下，按此键可返回仪器待机状态，关机时可“长按”（即按下等几秒时间）此键。
  - 14)确认：对输入数值或功能等操作的确认。
  - 15)键头：“-->”右移移动光标键，上、下箭头键为光标移动或数字值的改变。
  - 16)0-9 数字：在标定、校准管及查询等状态下输入 COD 标称值和消解管管号。

## 五、仪器的使用

### （一）测定样品

1. 在比色计上按“曲线/0”键，利用上、下箭头键或数字键选择所需的标准曲线

序号，按“确认”键确认。（上面的“SET”表示为“设置”功能，“PRGM”为“曲线”，“NH3NL”表示为氨氮低量程[NH3NH为高量程]，闪烁的“01”为要选择的曲线序号）

SET	
PRGM	NH3NL      01

2. 将已消解好待测的空白比色管的标线对准圆盘上的刻线 1，插入测定仪的比色孔中，按“空白”键，（ZERO 意为‘零’，即空白），按“确认”键，仪器返回待命状态。

ZERO 0.0 mg/L	

3. 将已消解好待测的样品比色管的标线对准圆盘上的刻线 1，插入测定仪的比色孔中，按“测量”键，仪器显示进度条并显示样品的氨氮值。

MS 2.11 mg/L	

4. 按“存储”键，仪器保存样品氨氮值于仪器内。
5. 重复上述操作，待所有样品测试完毕后。

## （二） 标定曲线

本仪器可保存 20 条标准曲线。仪器在出厂时标定好二条标准曲线，用户可以根据需要选用，如觉得仪器曲线误差太大，可以重新标定曲线。

1. 按“标定”键，仪器进入标定状态。首先提示输入曲线序号（PGIND 为 PROGRAM INDEX 的缩写，意为曲线序号），用数字键该曲线序号，按“确认”键予以确认。（CAL 为 CALIBRATE 的缩写，意为标定，SET 为设置，合起来为标定中的标准值设置）

CAL SET 01	
PRGM	PGIND

2. 将已消解好待测的标准空白比色管的标线对准圆盘上的刻线 1，插入测定仪的比色孔中，仪器闪烁显示“0000” mg/L，提示输入标准 COD 值。（“0.”为序号，意为空白，STD 为 STANDARD 的缩写，意为标准值）

CAL SET	
01	
TBIND	

CAL SET	
00.00 mg/L	
0.STD	

3. 直接按下“确认”键，仪器显示测量进度条,并显示 **0.0 ABS**，表示吸光度为 0（其中：CAL 为 CALIBRATE 的缩写，意为标定，MS 为 MEASURE 的缩写，意为测量，合起来为标定中的测量），再次按下“确认”，系统临时存储空白吸光值。

CAL MS	
0.0 <sup>ABS</sup>	
0.ABS	

4. 仪器提示输入下个 COD 标准值,此时将已消解好待测的第一个装有标准 COD 值的比色管的标线对准圆盘上的刻线 1，插入测定仪的比色孔中，用数字键输入实际标准值，按“确认”键，仪器显示吸光值。再按“确认”键予以确认。

SET	
00.50 mg/L	
1.STD	

CAL MS	
0.0XXX <sup>ABS</sup>	
1.ABS	

5. 重复上述操作，分别标定其余标样，直至全部标样标定完后，连按“确认”键两次结束标定，仪器自动算出此次标定的最小二乘法标准曲线方程并显示存储曲线序号。此时再次按下“确认”键，仪器将该条曲线存入存储器中，并在显示器中间显示“8888”。

**注：仪器内第 1、2 条曲线为出厂曲线，不能修改，如要自行标定曲线请存在其它序号**

### （三）设置

本仪器有以下 6 个功能设置：

1. 日期设置：按“设置”键后，显示屏右下角数字01闪烁，按“确认”键，仪器在xx.xx.xx格式年月日的首位显示，利用数字键进行更改，按“确认”键予以确认。如不需更改则按“返回”键则可。
2. 时间设置：按“设置”键后，显示屏右下角数字01闪烁，用向上键头键更改数字为02，按“确认”键，仪器在xx:xx:xx格式时分秒的首位显示，用数字键进行更改，按“确认”键予以确认。
3. 自动关机（定时器）设置：当仪器在不操作键盘的情况下，到达设定时间后，自动关机。按“设置”键后，显示屏右下角数字01闪烁，用向上键头键更改数字为03，按“确认”键，仪器在xx:xx:xx格式时分秒的首位显示，用数字键进行更改，按“确认”键予以确认。
4. 删除全部记录（DEAL）：按“设置”键后，显示屏右下角数字01闪烁，用向上键头键更改数字为04，按“确认”键后，仪器显示删除进度条，仪器内所有历史记录将被清除。
5. 删除部分记录（DELPT）：按“设置”键后，显示屏右下角数字01闪烁，用向上键头键更改数字为05，按“确认”键后，仪器显示删除进度条，仪器内保留50个最新历史记录，其它将被清除（如果存储不足50个，则记录不被删除）。
6. 删除用户曲线（DELUP）：按“设置”键后，显示屏右下角数字01闪烁，用向上键头键更改数字为06，按“确认”键后，仪器显示删除进度条，仪器将删除所有用户标准曲线（仪器内前三条固定的除外）。

#### （四）记录查询

在命令状态下(-- --)，按下“查询”键，若无记录，则仪器显示“NORCD”，按“返回”键回到命令状态。若有记录，则仪器在右下角显示最新的记录序号，并在显示器中间位置显示氨氮的浓度值，此时，若按下“日期”键，仪器在底部显示测量此记录的实际日期如11.12.09(2011年12月9日)；若按下“时间”键，仪器在底部显示测量此记录的实际时间，如09:56:48(9时56分48秒)；若按“C/A/T”键，可切换显示该值的样品浓度(mg/L)/吸光值/透光率(%)的值；若需查找其它记录，只需按下上、下箭头键即可；若需快速上翻或下翻记录，“长按”上、下箭头键即可。

## 六、试剂的配制

1. 无氨水（按GB7479-87制备）或新鲜蒸馏水

2. 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。
3. 纳氏试剂：称取 16g 氢氧化钠，溶于 50mL 水中，冷至室温，另称取 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）。
4. 铵氮标准贮备液：称取 1.9095g（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 500mg 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 5mg 氨氮。（现配现用）

## 七、操作步骤

### （一）样品的测定

分别吸取 5.00 mL 无氨水（空白）和 5ml 经过滤或絮凝沉淀预处理后的水样（若样品浓度超过 5ng/L，吸取待测样品 1mL，再补加蒸馏水至 5mL），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，于仪器上进行测定水样氨氮浓度。

### （二）标定曲线

曲线 1（0~5mg/L）：吸取 0、0.10、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00 铵氮标准使用液（5mg/L）于 10ml 专用比色管中，用无氨水补足到 5ml（相应的氨氮值为：0、0.10、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00mg/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。

曲线 2（5~25mg/L）：吸取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 铵氮标准使用液（5mg/L）于 10ml 专用比色管中，用无氨水补足到 5ml（相应的氨氮值为：0、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00mg/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 1 ml 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。

### 八、 注意事项

1. 为了提高检测的准确性，应减少样品在检测时的相互影响，空白、标样、样品的消解管及管盖应固定，以减少操作带来的误差。
2. 根据被测样品的浓度值大小，应选用相对应的标准曲线。
3. 因比色管的盖是螺纹牙，为保证洁净要用大量水冲洗干净，以免影响测定结果。
4. 比色时比色管必须保持洁净，避免用手触及透光面，消解管置入比色孔前如皿外壁挂有溶液，应用软布擦拭干净，以免造成零点漂移及腐蚀仪器。
5. 仪器应放置在干燥通风处，同时需避免强光直射。长期不用时，应将比色管擦拭干净置于机外，以保证机内干燥，保护光学元件。

### 九、 装箱清单

序号	名称	单位	数量	备注
1	主机	台	1	
2	比色管	支	10	
3	氨氮专用试剂	套	1	
4	9V 电池	个	4	
5	使用说明书	份	1	
6	产品合格证	份	1	
7	保修卡	份	1	