

中华人民共和国国家标准

空气质量 氨的测定 纳氏试剂比色法

GB/T 14668—93

Air quality—Determination of ammonia—
Nessler's reagent colorimetric method

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定工业废气及空气中氨的纳氏试剂分光光度法。

本标准适用于制药、化工、炼焦等工业行业废气中氨的测定。

在吸取液体积为 50 mL, 采样体积为 2.5~10 L 时, 测定范围为 0.5~800 mg/m³。对于浓度更高的样品, 测定以前必须进行稀释。

当样品溶液总体积为 50 mL, 采样体积 10 L 时, 最低检出限为 0.25 mg/m³。

2 原理

用稀硫酸溶液吸收氨, 以铵离子形成与纳氏试剂反应生产黄棕色络合物, 该络合物的色度与氨的含量成正比, 在 420 nm 波长处进行分光光度测定。

3 试剂

分析时只使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和按 3.1 制备的水。

3.1 水: 无氨, 按下述方法之一制备。

3.1.1 离子交换法 将蒸馏水通过一个强酸性阳离子交换树脂(氢型)柱, 流出液收集在磨口玻璃瓶中。每升流出液中加入 10 g 同类树脂, 以利保存。

3.1.2 蒸馏法 在 1 000 mL 蒸馏水中, 加入 0.1 mL 硫酸(3.2), 并在全玻璃蒸馏器中重蒸馏。弃去前 50 mL 馏出液, 然后将约 800 mL 馏出液收集在磨口玻璃瓶中。每升收集的馏出液中加入 10 g 强酸性阳离子交换树脂(氢型), 以利保存。

3.2 硫酸吸收液: 硫酸, $\rho=1.84$ g/mL, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.005$ mol/L。

3.3 纳氏试剂:

称取 12 g 氢氧化钠(NaOH), 溶于 60 mL 水中, 冷至室温。

称取 1.7 g 二氯化汞(HgCl_2)溶解在 30 mL 水中。

称取 3.5 g 碘化钾(KI)于 10 mL 水中。在搅拌下, 将二氯化汞溶液慢慢加入碘化钾溶液中, 直至形成的红色沉淀不再溶解为止。

在搅拌下, 将冷的氢氧化钠溶液缓慢地加入到上述二氯化汞和碘化钾的混合液中。再加入剩余的二氯化汞溶液, 于暗处静置 24 h, 倾出上清液, 储于棕色瓶中, 用橡皮塞塞紧。于冰箱中保存, 可稳定一个月。

3.4 酒石酸钾钠溶液: 称取 50 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_6\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), 溶于 100 mL 水(3.1)中加热煮沸

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-05-01 实施

以驱除氨,冷却后补充至 100 mL。

3.5 盐酸(HCl)溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。

3.6 氨标准储备液:1 mg/mL。准确称量 0.314 2 g 经 105℃干燥 1 h 的 G.R 级氯化铵(NH_4Cl),用少量水(3.1)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

3.7 氨标准溶液:20 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取 5.00 mL 氨标准储备液(3.6)于 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。临用前配制。

4 仪器

4.1 气体采样装置。

4.2 大型玻板吸收瓶或大气冲击式吸收瓶,125 mL 或 50 mL。

4.3 具塞比色管:10 mL。

4.4 分光光度计。

4.5 玻璃容器:经校正的容量瓶、移液管。

4.6 聚四氟乙烯管(或玻璃管): $\phi 6\sim 7\text{ mm}$ 。

5 采样及样品保存

5.1 采样系统由采样管、吸收瓶、流量测量装置和抽气泵等组成。用一个内装 50 mL 吸收液的冲击式气体吸收瓶或大型多孔玻板吸收瓶,以 0.5~1.0 l/min 的流量,采气 5~10 min。

5.2 样品保存

采集好的样品,应尽快分析。必要时于 2~5℃下冷藏,可贮存一周。

6 步骤

6.1 预处理

样品中含有三价铁等金属离子、硫化物和有机物时,干扰测定,处理方法如下:

6.1.1 络合掩蔽

加入 0.50 mL 酒石酸钾钠溶液(3.4)可消除三价铁等金属离子的干扰。

6.1.2 除硫化物

若样品因产生异色而引起干扰(如硫化物存在时为绿色)时,可在样品溶液中加入稀盐酸而去除干扰。

6.1.3 低 pH 下煮沸

有些有机物质(如甲醛)生成沉淀干扰测定,可在比色前用 0.1 mol/L 的盐酸溶液(3.5)将吸收液酸化到 pH 不大于 2 后煮沸而除之。

6.2 测定

6.2.1 绘制校准曲线

6.2.1.1 按下表在 10 mL 比色管中制备标准色列管。

管号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液, mL	0.00	0.10	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00
水, mL	10.00	9.90	9.75	9.50	9.00	8.50	8.00
氨含量, μg	0	2	5	10	20	30	40

6.2.1.2 比色:

以上各管分别加入 0.50 mL 纳氏试剂(3.3),摇匀,放置 10 min 后,在波长 420 nm 下,用 1 cm 比色皿,以水作参比,测定各管的吸光度。以氨含量(μg)为横坐标,绘制校准曲线,或用最小二乘法计算校准

曲线的回归方程。

$$Y = bX + a \dots\dots\dots(1)$$

式中: Y —— $(A - A_0)$ 标准溶液吸光度 (A) 与试剂空白吸光度 (A_0) 之差;

a —— 校准曲线的截距, 即试剂空白液的吸光度单位;

b —— 校准曲线的斜率(校准因子: $B_s = 1/b$);

X —— 各标准管中氨含量, μg 。

6.2.2 样品测定

试样溶液用吸收液定容至 50 mL, 取一定量试样溶液(吸取量视试样浓度而定)于 10 mL 比色管中, 再用吸收液稀释至 10 mL。以下步骤按 6.2.1.2 进行分光光度测定。

6.2.3 空白试验

用 50 mL 吸收液代替试样溶液, 按 6.2.1.2 进行分光光度测定。

7 结果的表示

7.1 试样中氨含量 C , 以 mg/m^3 表示, 由式(2)计算:

$$C = \frac{(A - A_0) \cdot B_s \cdot V_s}{V_{nd} \cdot V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中: A —— 样品溶液吸光度;

A_0 —— 试剂空白液吸光度;

B_s —— 校准因子, $\mu\text{g}/\text{吸光度单位}$;

V_s —— 样品溶液总体积, mL;

V_0 —— 分析时所取分析液体积, mL;

V_{nd} —— 所采气样标准体积(101.325 kPa, 0°C), L。

7.2 精密度和准确度

经五个实验室分析含 1.33~1.55 mg/L 氨的统一样品, 重复性标准偏差 0.018 mg/L, 变异系数 1.2%; 再现性标准偏差 0.05 mg/L, 变异系数 3.4%; 加表回收率 97%~103%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司标准处提出。

本标准由上海市环境保护监测中心负责起草。

本标准主要起草人喇国静。

本标准由中国环境监测总站负责解释。