



中华人民共和国国家标准

GB/T 23773—2009

无机化工产品中铵含量测定的通用方法 纳氏试剂比色法

Inorganic chemicals for industrial use—
General method for determination of Ammonium content—
Nessler's reagent colorimetric method

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2009-05-13 发布

2010-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:多氟多化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:王建萍、施秀华、陆思伟、吕刚、刘军。

本标准为首次发布。



无机化工产品中铵含量测定的通用方法

纳氏试剂比色法

1 范围

本标准规定了无机化工产品中铵含量测定的通用方法纳氏试剂比色法的方法提要、安全提示、一般规定、试剂、仪器、设备、分析步骤和结果计算。

本标准适用于无机化工产品中微量铵离子的测定。试验溶液体积为 100 mL 时,铵离子浓度 $\rho(\text{NH}_4) \leq 2 \text{ mg/L}$ 。试验溶液体积为 100 mL 时,目视法最低检出浓度为 0.02 mg/L。分光光度法使用光程长为 1 cm 比色皿时,最低检出浓度为 0.05 mg/L。当 $\rho(\text{NH}_4) = 1.0 \text{ mg/L}$ 时,灵敏度约为 0.2 个吸光度单位。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备

3 方法提要

在碱性溶液中,游离氨或结合态的铵与纳氏试剂反应,生成淡黄色到棕红色的难溶化合物。铵含量较高时,生成物为红褐色沉淀;铵含量较低时,则形成稳定的悬浮液,可用目视比色法与标准比对液比对或分光光度法测定。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

试验中所需杂质标准溶液、试剂和制品,在没有注明其他要求时均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6 试剂

6.1 无氨水;

6.2 氢氧化钠溶液:320 g/L。

6.3 铵标准溶液 I:1 mL 溶液含铵(NH_4)0.10 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铵标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻

度,摇匀。

6.4 铵标准溶液 II:1 mL 溶液含铵(NH₄)0.010 mg;

用移液管移取 10 mL 铵标准溶液 I,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.5 纳氏试剂。

7 仪器、设备

7.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 或 3 cm 比色皿;

7.2 比色管:100 mL。

8 分析步骤

8.1 分光光度法

8.1.1 称样和试验溶液的制备

称样量和制备试验溶液的方法按有关产品标准中的规定,并调节试验溶液 pH 值约为 7(干扰测定的离子及消除方法参见附录 A 和附录 B)。

注:调节试验溶液 pH 值时,不能使用含铵离子的溶液。

8.1.2 空白试验溶液的制备

制备试验溶液的同时,除不加试验溶液外,以同样种类和用量的试剂,以同一方法制备空白试验溶液,稀释至同体积。

8.1.3 工作曲线的绘制

8.1.3.1 系列铵标准工作溶液的配制

在每一次测定之前,在 5 个 100 mL 容量瓶中分别移入系列铵标准溶液 I 或铵标准溶液 II,配制标准工作溶液,其浓度范围应覆盖待测试验溶液中铵的浓度。

8.1.3.2 吸光度测量

在系列铵标准工作溶液中加入无氨水至约 75 mL,加 3 mL 氢氧化钠溶液及 2 mL 纳氏试剂,用无氨水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,在 420 nm 波长处,用 1 cm 或 3 cm 的比色皿以水做参比,测量吸光度。

8.1.3.3 曲线绘制

从每个标准参比液的吸光度值中减去试剂空白溶液的吸光度值,以铵质量为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

8.1.4 试样测定

用移液管移取适量试验溶液(含铵少于 0.20 mg)(8.1.1)和同样体积空白试验溶液(8.1.2),以下按 8.1.3.2,从“加无氨水至约 75 mL,……”开始进行操作,测得其吸收值。从试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度后,在工作曲线上查出试验溶液中铵的质量。

8.1.5 结果计算

铵含量以铵(NH₄)的质量分数 w₁ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-5}}{m \times V_1/V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V₁——8.1.4 中所移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V——8.1.1 中所制备试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m₁——从工作曲线上查得的试验溶液中氮的质量的数值,单位为毫克(mg);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值在有关产品标准中规定。

8.2 目视比色法

用移液管移取适量试验溶液(含铵少于 0.10 mg)(8.1.1)和同样体积空白试验溶液(8.1.2),置于 100 mL 比色管中,加无氨水至约 75 mL,加 3 mL 氢氧化钠溶液及 2 mL 纳氏试剂,用无氨水稀释至 100 mL,摇匀。所呈黄色与标准比色液比较。

标准比色液是取规定量的铵(NH_4)标准溶液,加无氨水至约 75 mL,与同体积试液同时同样处理。



附 录 A
(资料性附录)
干扰及消除

- A.1 干扰本方法的金属离子主要是在碱性溶液中易水解产生沉淀的钙、镁、铁等离子。如果试样中含有钙、镁、铁等离子,可在试验溶液中加入 1 mL~2 mL 酒石酸钾钠溶液(500 g/L)掩蔽干扰离子。
- A.2 当试样中含有大量的钙、镁、铁等离子,酒石酸钾钠溶液不能完全掩蔽干扰离子时,可采用蒸馏法将氨与主体分离。
- A.3 硫化物能与纳氏试剂中的汞离子生成沉淀而使溶液浑浊,可在蒸馏前加入碳酸铅消除。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附录 B
(资料性附录)
样品的蒸馏法处理

B.1 试剂和溶液

- B.1.1 无氨水;
- B.1.2 硼酸溶液:20 g/L;
- B.1.3 氢氧化钠溶液:40 g/L;
- B.1.4 盐酸溶液:1 mol/L;
- B.1.5 溴百里酚蓝指示液:0.5 g/L。

B.2 仪器、设备

- B.2.1 蒸馏仪器:按图 B.1 配备或其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪器;
- B.2.2 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源;
- B.2.3 防爆沸颗粒。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

