

F-HZ-HJ-DQ-0114

环境空气—氨的测定—纳氏试剂分光光度法

1 范围

本方法规定了测定工业废气及空气中氨的纳氏试剂分光光度法。

本方法适用于制药、化工、炼焦等工业行业废气中氨的测定。

在吸取液体积为 50mL，采样体积为 2.5~10L 时，测定范围为 0.5~800mg/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 50mL，采样体积 10L 时，最低检出限为 0.25mg/m³。

2 原理

用稀硫酸溶液吸收氨，以铵离子形式与纳氏试剂反应生成黄棕色络合物，该络合物的色度与氨的含量成正比，在 420nm 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 无氨水：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 10g 同类树脂。以利保存。

3.1.2 蒸馏法 在 1000mL 蒸馏水中，加入 0.1mL 硫酸（3.2），并在全玻璃蒸馏器中重蒸馏。弃去前 50mL 馏出液，然后将约 800mL 馏出液收集在磨口玻璃瓶中。每升收集的馏出液中加入 10g 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， $\rho=1.84\text{g/mL}$ ， $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.005\text{mol/L}$ 。

3.3 纳氏试剂：

称取 12g 氢氧化钠（NaOH），溶于 60mL 水中，冷至室温。

称取 1.7g 二氯化汞（HgCl₂）溶解在 30mL 水中。

称取 3.5g 碘化钾（KI）于 10mL 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 24h，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 50g 酒石酸钾钠（KNaC₄H₆O₆·4H₂O），溶于 100mL 水（3.1）中加热煮沸以驱除氨，冷却后补充至 100mL。

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

3.6 氨标准贮备液：1mg/mL。准确称量 0.3142g 经 105℃干燥 1h 的 GR 级氯化铵（NH₄Cl），用少量水（3.1）溶解，移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度。

3.7 氨标准溶液：20μg/mL。吸取 5.00mL 氨标准储备液（3.6）于 250mL 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：125mL 或 50mL。

4.3 具塞比色管：10mL。

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）：Ø6~7mm。

5 采样

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 50mL 吸收液

的冲击式气体吸收瓶或大型多孔玻板吸收瓶，以 0.5~1.0L/min 的流量，采气 5~10min。

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 操作步骤

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 0.50mL 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 0.1mol/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 10mL 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	0.0	2.0	5.0	10.0	20.0	30.0	40.0

6.2.1.2 比色：

以上各管分别加入 0.50mL 纳氏试剂（3.3），摇匀，放置 10min 后，在波长 420nm 下，用 1cm 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。

$$Y = bX + a$$

式中：Y——（A—A₀）标准溶液吸光度（A）与试剂空白吸光度（A₀）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 50mL。取一定量试样溶液（吸取量视试样浓度而定）于 10mL 比色管中，再用吸收液稀释至 10mL。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 50mL 吸收液代替试样溶液，按 6.2.1.2 进行分光光度测定。

7 结果计算

试样中氨含量 C，以 mg/m³ 表示，由下式计算：

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

式中：A——样品溶液吸光度；

A₀——试剂空白液吸光度；

B_s——校准因子，μg/吸光度单位；

V_s——样品溶液总体积，mL；

V₀——分析时所取分析液体积，mL；

V_{nd}——所采气样标准体积（101.325kPa，0℃），L。

8 精密度和准确度

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

9 参考文献

GB/T 14668-93

中国食品网