

中华人民共和国国家标准

空气质量 氨的测定  
离子选择电极法

GB/T 14669—93

Air quality—Determination of ammonia—  
Ion selective electrode method

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定工业废气中氨的氨气敏电极法。

本标准适用于测定空气和工业废气中的氨。

本方法检测限为 10 mL 吸收溶液中 0.7 μg 氨。当样品溶液总体积为 10 mL, 采样体积 60 L 时, 最低检测浓度为 0.014 mg/m<sup>3</sup>。

按 Nernst 公式, 氨浓度每变化十倍, 电极电位变化约 60 mV。

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 0.1 mol/L 氯化铵内充液的塑料套管中, 管底用一张微孔疏水薄膜与试液隔开, 并使透气膜与 pH 玻璃电极间有一层很薄的液膜。当测定由 0.05 mol/L 硫酸吸收液所吸收的大气中的氨时, 借加入强碱, 使铵盐转化为氨, 由扩散作用通过透气膜(水和其他离子均不能通过透气膜), 使氯化铵电解质液膜层内  $\text{NH}_4^+ \rightleftharpoons \text{NH}_3 + \text{H}^+$  的反应向左移动, 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, 测得的电极电位与氨浓度的对数呈线性关系。由此, 可从测得的电位值确定样品中氨的含量。

3 试剂

除另有说明外, 分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂, 所用水按 3.1 叙述方法制备的水。

3.1 水: 无氨, 可用下述方法之一制备。

3.1.1 蒸馏法 向 1 000 mL 的蒸馏水中加 0.1 mL 硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ ), 在全玻璃装置中进行重蒸馏, 弃去 50 mL 初馏液, 于具塞磨口的玻璃瓶中接取其续馏液, 密封, 保存。

3.1.2 离子交换法

将蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂柱, 其流出液收集在具塞磨口的玻璃瓶中。

3.2 电极内充液:  $c(\text{NH}_4\text{Cl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

3.3 碱性缓冲液: 含有  $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/L}$  氢氧化钠和  $c(\text{EDTA-2Na}) = 0.5 \text{ mol/L}$  乙二胺四乙酸二钠盐的混合溶液, 贮于聚乙烯瓶中。

3.4 吸收液:  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mol/L}$  硫酸溶液。

3.5 氨标准储备液: 1.00 mg 氨。称取 3.141 g 经 100℃ 干燥 2 h 的氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。

3.6 氨标准使用液: 用氨标准储备液(3.5)逐级稀释配制。

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-05-01 实施

#### 4 仪器

常规实验室设备及：

- 4.1 氨敏感膜电极。
- 4.2 pH/毫伏计：精确到 0.2 mV。
- 4.3 磁力搅拌器：带有用聚四氟乙烯包覆的搅拌棒。
- 4.4 大气采样器。

#### 5 采样

量取 10.00 mL 吸收液于 U 型多孔玻板吸收管中，调节采样器上的流量计的流量至 1.0 L/min(用标准流量计校正)，采样 60 min。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 仪器和电极的准备

按测定仪器及电极使用说明书进行仪器调试和电极组装。

##### 6.2 校准曲线的绘制

吸取 10.0 mL 浓度分别为 0.1、1.0、10、100、1 000 mg/L 的氨标准溶液于 25 mL 小烧杯中，浸入电极后加入 1.0 mL 碱性缓冲液(3.3)，在搅拌下，读取稳定的电位值  $E$  (在 1 min 内变化不超过 1 mV 时，即可读数)，在半对数坐标纸上绘制  $E - \log C$  的校准曲线。

##### 6.3 测定

采样后，将吸收管中的吸收液倒入 10 mL 容量瓶中，再以少量吸收液(3.4)清洗吸收管，加入容量瓶，最后以吸收液(3.4)定容至 10 mL，将容量瓶中吸收液放入 25 mL 小烧杯中，以下步骤与校准曲线绘制(6.2)相同，由测得的电位值在校准曲线上查得气样吸收液中氨含量(mg/L)，然后计算出大气中氨的浓度(mg/m<sup>3</sup>)。

#### 7 结果的表示

##### 7.1 计算方法

大气中氨的浓度  $C$ ，以 mg/m<sup>3</sup> 表示，可由下式给出：

$$C = \frac{10 \cdot a}{V_0}$$

式中： $a$ ——吸收液中氨含量，mg/L；

$V_0$ ——换算成标准状况下的采样体积，L。

##### 7.2 精密度和准确度

经五个实验室分析含 20.0 mg/L 氨的统一分发的样品，重复性标准偏差 0.259 mg/L，变异系数 1.30%；再现性标准差 0.273 mg/L，变异系数 1.37%；加标回收率 97.6%。

#### 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科学研究所负责起草。

本标准主要起草人张志强。

本标准由中国环境监测总站负责解释。