

ICS 71. 100. 40  
G 70  
备案号: 60597—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5251—2017

---

### 纺织染整助剂 氨氮的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—  
Determination of ammonia nitrogen

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口。

本标准起草单位：传化智联股份有限公司、杭州传化精细化工有限公司、江苏出入境检验检疫局、广东德美精细化工股份有限公司。

本标准主要起草人：许义、傅佳亚、郭飞、李燕红、赵婷、丁友超、袁碧云、张海婴、陈祖芬、王莉莉。



# 纺织染整助剂 氨氮的测定

## 1 范围

本标准规定了氨气敏电极法测定纺织染整助剂中氨氮含量的通用方法。

本标准适用于纺织染整助剂中氨氮含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**氨氮 ammonia nitrogen**

试样中以游离氨（ $\text{NH}_3$ ）和铵离子（ $\text{NH}_4^+$ ）形式存在的氮。

## 4 原理

在试样中加入离子强度调节剂，使铵盐转化为氨，生成的氨由于扩散作用通过疏水性氨气敏膜（水和其他离子则不能通过），氨气进入内充液后，使氯化铵电解质薄膜层内发生如下平衡：



氨气的产生使得电极内充液的 pH 值随氨的进入而增高，在恒定的离子强度下测得的电动势与水中氨氮浓度的对数呈一定的线性关系，由此可从测得的电位值确定试样中氨氮的含量。

## 5 试剂和材料

5.1 除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.2 氯化铵：优级纯。

5.3 氢氧化钠。

5.4 乙二胺四乙酸二钠。

5.5 离子强度调节剂：称取 400.0 g 氢氧化钠和 37.2 g 乙二胺四乙酸二钠，用水溶解，并用水稀释至 1 000 mL。

5.6 铵标准储备溶液，1 000 mg/L：称取 3.819 0 g 预先在 100 °C~105 °C 条件下干燥 2 h 的氯化铵，溶于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释定容。可在 2 °C~5 °C 保存 1 个月。

5.7 铵标准溶液：100 mg/L，10 mg/L，1 mg/L，0.1 mg/L。现配现用。

5.7.1 铵标准溶液，100 mg/L：移取 100.00 mL 铵标准储备溶液（5.6），用水稀释定容至 1 000 mL。

5.7.2 铵标准溶液，10 mg/L：移取 100.00 mL 100 mg/L 铵标准溶液（5.7.1），用水稀释定容至 1 000 mL。

5.7.3 铵标准溶液，1 mg/L：移取 100.00 mL 10 mg/L 铵标准溶液（5.7.2），用水稀释定容至 1 000 mL。

5.7.4 铵标准溶液，0.1 mg/L：移取 100.00 mL 1 mg/L 铵标准溶液（5.7.3），用水稀释定容至 1 000 mL。

## 6 仪器和设备

6.1 分析天平：感量为 0.000 1 g。

6.2 带有离子计的氨气敏电极：精确到 0.1 mV。

6.3 磁力搅拌器：带有搅拌磁子。

6.4 广口瓶：150 mL，口径为 6 cm，高度为 9 cm。

6.5 容量瓶：1 000 mL。

6.6 温度计：0 °C~50 °C，精确到 0.1 °C。

6.7 恒温水浴锅：可于 25 °C±1 °C 精确控温。

6.8 移液管：1 mL，10 mL，100 mL。

## 7 测试方法

### 7.1 电极斜率的检查

7.1.1 分别移取浓度差 10 倍的两个铵标准溶液（5.7）各 100 mL 于广口瓶中，各加入 1 mL 离子强度调节剂，保证待测液的 pH 值在 11 以上，将电极顶端小心地浸入溶液中，放入搅拌磁子，用磁力搅拌器充分搅拌，待离子计读数稳定后，分别测得电位  $V_1$ 、 $V_2$  值。

7.1.2 当溶液温度在 25 °C±1 °C，电极斜率范围应在 -54 mV~-60 mV，电极斜率  $k$  在此范围方可进行校正及试样的测量。

电极斜率用  $k$  表示，数值以毫伏（mV）表示，按公式（1）计算：

$$k = V_2 - V_1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_1$ ——按 5.7 配制的铵标准溶液在离子计上的电压读数，单位为毫伏（mV）；

$V_2$ ——按 5.7 配制的比  $V_1$  大 10 倍的铵标准溶液在离子计上的电压读数，单位为毫伏（mV）。

注：电极在浓度差 10 倍的两个溶液中的电位差定义为电极斜率。

## 7.2 氨电极的校正

用铵标准溶液（5.7）从低浓度到高浓度逐级校正。分别移取不同浓度的铵标准溶液（5.7）各 100 mL 至不同的广口瓶中，在溶液温度  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，分别加入 1 mL 离子强度调节剂，保证待测液的 pH 值在 11 以上，放入搅拌磁子。在广口瓶瓶口配置一个可以穿过电极的软塞，将电极插入软塞中，置于液面上方 1 cm 处，用磁力搅拌器充分搅拌，待离子计读数稳定后，分别将显示的浓度值  $c$ （mg/L）调整到标准溶液的浓度值。

## 7.3 试样的测定

### 7.3.1 试样的稀释

称取 1.00 g（精确至 0.000 1 g）试样至 100 mL 烧杯中，加水搅拌均匀，转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

注：试样的称样量根据实际情况而定，其结果最好控制在 1 mg/L~1 000 mg/L 范围内，如果不在范围内需做相应调整。

### 7.3.2 试样的测定

检测之前先用水冲洗电极，直到离子计读数小于 0.01 mg/L。

准确移取 100.00 mL 稀释后试样（7.3.1）至广口瓶中，在溶液温度  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，加入 1 mL 离子强度调节剂，保证待测液的 pH 值在 11 以上，放入搅拌磁子。在广口瓶瓶口配置一个可以穿过电极的软塞，将电极插入软塞中，置于液面上方 1 cm 处，用磁力搅拌器充分搅拌，待离子计稳定后，记录显示的浓度值  $c$ （mg/L）。

## 7.4 结果计算

试样中氨氮的浓度以氮计，用  $X$  表示，数值以毫克每升（mg/L）表示，按公式（2）计算：

$$X = cn \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$c$ ——离子计显示的浓度值的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$n$ ——试样的稀释倍数。

取两次平行测定的结果的算术平均值，按 GB/T 8170 修约至小数点后 1 位为测定结果。两次平行测定的结果之差不大于平均值的 5 %。

## 8 测定低限、回收率和精密度

### 8.1 测定低限

本方法的测定低限为 1 mg/L。

### 8.2 回收率

本方法对纺织染整助剂中氨氮含量的回收率为 80 %~100 %。

### 8.3 精密度

在同一个实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对

象相互独立进行的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20 %。以大于这两个测定值的算术平均值的 20 % 的情况不超过 5 % 为前提。

## 9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 试样的描述；
  - b) 本标准的编号；
  - c) 与本标准的差异；
  - d) 试验结果；
  - e) 试验日期。
-