



中华人民共和国国家标准

GB/T 39701—2020

粉煤灰中铵离子含量的限量及检验方法

Limit and test method of ammonium ion content in fly ash

2020-12-14 发布

2021-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本标准起草单位：中国建筑材料科学研究总院有限公司、中广核工程有限公司、中国长江三峡集团有限公司、中交一公局厦门检测技术有限公司、北京金隅水泥节能科技有限公司、华电电力科学研究院有限公司、华北电力科学研究院有限责任公司、中国水利水电科学研究院、中交路桥北方工程有限公司、中铁检验认证中心有限公司、深圳市水务工程检测有限公司、阳江市大地环保建材有限公司、中国铁道科学研究院集团有限公司铁道建筑研究所、中国建材检验认证集团股份有限公司、重庆大学、甘肃智通科技工程检测咨询有限公司、重庆华珞粉煤灰开发有限责任公司、河北建设集团股份有限公司、中核混凝土股份有限公司、贵州名川粉煤灰有限公司、厦门益材粉煤灰有限责任公司、中国水利水电第四工程局有限公司、成都建工预筑科技有限公司、广州铁诚工程质量检测有限公司、贵州卓圣丰业环保新型材料开发有限公司、中铁上海工程局集团有限公司、铁正检测科技有限公司、徐州市宏达土木工程试验室有限责任公司、重庆市羚农建设集团有限公司、中建西部建设股份有限公司、昆山市建设工程质量检测中心、茌平信源环保建材有限公司、贵州水利实业有限公司、赛默飞世尔科技(中国)有限公司、山东鲁北企业集团总公司、重庆建工市政交通工程有限责任公司、株洲宏信科技发展有限公司、中建新疆建工(集团)有限公司。

本标准主要起草人：郑旭、刘晨、裴新意、李文伟、王辉诚、朱文尚、杜勇、彭桂云、朱正贵、黄斌、陆超、王群英、谢生华、董晓丽、王振华、吴华成、康玺、孔祥芝、纪国晋、张格、崔健、萧瑛、崔敬轩、王峰、黄增财、刘丹娜、王超生、张乐、李昊、吴文鑫、于会来、梁坤跃、李坚荣、谭盐宾、王智、李娟、曹自俊、蒋陶渝、韩军卫、杜勇欣、胡德华、沈彦君、吴志伟、李锋、黄明辉、王新明、陈卓洋、殷枝荣、鲁爱民、付廷波、徐大宁、李善植、王军、梅菁、宋世霞、黄国秋、王志军、田莉、吕天宝、邓程鸿、邓晓阳、黄仁阔、阳长江、潘长河、魏丽颖、温培艳、周卫青。



粉煤灰中铵离子含量的限量及检验方法

1 范围

本标准规定了粉煤灰中铵离子含量的限量及检验方法。
本标准适用于作水泥混合材、砂浆和混凝土掺合料的粉煤灰及指定采用本标准的其他材料。

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
- GB/T 12573 水泥取样方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

粉煤灰中铵离子 ammonium ion in fly ash
附着在粉煤灰表面,以 NH_4^+ 形式存在的铵离子。

3.2

粉煤灰铵离子含量系列标准样品 series standard specifications for determining ammonium content of fly ash
不同浓度铵离子含量的标准样品。
注:用于对比分析以减少粉煤灰中铵离子含量的检验误差。

4 技术要求

粉煤灰中铵离子含量不大于 210 mg/kg。

5 样品的制备

粉煤灰样品应具有代表性和均匀性,采用缩分器或四分法缩分至约 100 g 待测样品,装入密封、洁净、干燥的容器中,充分混匀。

6 检验方法

蒸馏滴定法(基准法)、电极法(代用法)、纳氏试剂分光光度法(代用法)和离子色谱法(代用法),分别按附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 进行。当有争议时以蒸馏滴定法为准。

7 检验规则

7.1 编号及取样

粉煤灰出厂前按同种类、同等级编号和取样。散装粉煤灰和袋装粉煤灰应分别进行编号和取样。不超过 500 t 为一编号,每一编号为一取样单位。当散装粉煤灰运输工具的容量超过该厂规定出厂编号吨数时,允许该编号的数量超过取样规定吨数。粉煤灰质量按干灰(含水量小于 1%)的质量计算。

取样方法按 GB/T 12573 进行,可连续取,亦可从 10 个以上不同部位取等量样品,总量至少 1 kg,缩分为两等份。一份由卖方保存 40 d,另一份由买方按本标准规定的项目和方法进行检验。粉煤灰样品应在环境温度不高于 30 ℃的条件下,密封保存于两层以上的塑料袋中。

注:必要时,买方可对粉煤灰进行随机抽样检查。



7.2 检验

有下列情况之一时,应增加粉煤灰铵含量的检验频率:

- 电厂运行状态不稳定时生产的粉煤灰;
- 电厂生产的粉煤灰铵离子含量有超标记录或波动较大时;
- 电厂脱硝催化剂长时间运行后生产的粉煤灰。

7.3 判定规则

粉煤灰中铵离子含量符合第 4 章的技术要求时,判为检验合格。若不符合要求,对本批留样粉煤灰进行复检,以复检结果判定。

7.4 检验报告

检验报告内容应包括出厂编号和铵离子含量。

7.5 仲裁

对粉煤灰中铵离子含量有争议时,双方应将认可的样品签封,送共同认可的第三方质量监督检验机构进行仲裁检验。

附录 A (规范性附录)

粉煤灰中铵离子含量检验方法 蒸馏滴定法

A.1 原理

将粉煤灰与水混合,调整 pH 值至碱性,进行蒸馏,用稀硫酸溶液吸收蒸馏出的 NH_3 ,使粉煤灰中铵离子转移至蒸馏液中。以甲基红-亚甲基蓝混合指示剂为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的硫酸,通过蒸馏液中的 NH_4^+ 含量,计算出粉煤灰中的铵离子含量。

A.2 试验的基本要求

A.2.1 测试要求

每项测定的次数规定为两次,两次测定结果之差应在所列的允许差(见表 A.1)内,用两次测定结果的平均值表示测定结果。

本标准规定的空白试验,在蒸馏水品质不变的情况下,可每隔 3 个月进行一次。

建议使用粉煤灰铵离子含量系列标准样品减少测定误差。

所有的滴定过程可用针管称量法代替滴定管量取溶液的方法。

A.2.2 质量、体积和结果的表示

质量用“克(g)”表示,精确至 0.001 g。滴定管的体积用“毫升(mL)”表示,读数精确至 0.01 mL。针管的表示方式参见滴定管。

标准滴定溶液的浓度和体积比保留三位有效数字。除另有说明外,各项分析结果均以质量分数计。粉煤灰中铵离子含量单位为 mg/kg,保留至小数点后一位。

数值的修约按 GB/T 8170 进行。

A.2.3 空白试验

不加入粉煤灰,使用相同量的试剂,按照相同的测定步骤进行试验。

A.2.4 试剂总则

除另有说明外,所用试剂应不低于分析纯,优先选用优级纯。用于标定的试剂应为基准试剂。所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的三级水的要求,一般采用蒸馏水。

本标准所列市售浓液体试剂的密度指 20 °C 的密度(ρ),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

在化学分析中,凡未标注浓度的酸均指市售的浓酸。

除另有说明外,标准滴定溶液的有效期为 3 个月,如果超过 3 个月,重新进行标定。

A.3 试剂和材料

A.3.1 硫酸(H_2SO_4)

1.84 g/cm^3 ,质量分数 95%~98%。



A.3.2 氢氧化钠(NaOH)

化学纯。

A.3.3 (邻)苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$)

基准试剂。

A.3.4 乙醇(C_2H_5OH)

乙醇的体积分数为 95%。

A.3.5 酚酞指示剂溶液(10 g/L)

将 1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇(A.3.4)中。

A.3.6 硫酸溶液 $c(1/2H_2SO_4)=0.1\text{ mol/L}$

量取 3mL 硫酸,缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却,摇匀。

A.3.7 氢氧化钠标准滴定溶液 $c(NaOH)=0.1\text{ mol/L}$ **A.3.7.1 氢氧化钠标准滴定溶液的配制**

称取 20 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水后,加水稀释至 5 L,充分摇匀,贮存于塑料瓶中。

A.3.7.2 氢氧化钠标准滴定溶液的标定

采用邻苯二甲酸氢钾作为基准物标定氢氧化钠标准滴定溶液。称取 0.5 g(m_1)邻苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$,基准试剂),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,加入约 200 mL 冷水(预先新煮沸过并冷却后用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色),搅拌使其溶解,加入 6~7 滴酚酞指示剂溶液(A.3.5),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色,记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_1)。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(A.1)计算:

$$c = \frac{m_1 \times 1\,000}{204.2 \times V_1} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

204.2 ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

A.3.8 甲基红-亚甲基蓝混合指示液

50 mL 甲基红-乙醇溶液(2 g/L):将 0.1 g 甲基红溶于 50 mL 乙醇(A.3.4)中。

50 mL 亚甲基蓝-乙醇溶液(1 g/L):将 0.05 g 亚甲基蓝溶于 50 mL 乙醇(A.3.4)中。

将 50 mL 甲基红-乙醇溶液(2 g/L)和 50 mL 亚甲基蓝-乙醇溶液(1 g/L)混合,得到甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

A.4 仪器与设备

A.4.1 天平

A.4.1.1 分析天平:分度值不大于 0.000 1 g。

A.4.1.2 电子天平:分度值不大于 0.01 g。

A.4.2 玻璃容量器皿

A.4.2.1 500 mL 蒸馏瓶。

A.4.2.2 50 mL 碱式滴定管。

A.4.2.3 250 mL、300 mL 烧杯。

A.4.2.4 20 mL 移液管。

注:建议使用移液枪。

A.4.2.5 1 000 mL 容量瓶。

A.4.2.6 250 mL 量筒。

A.4.3 1 000 W 电热套

容量 500 mL。

A.4.4 医用注射器

容量不小于 30 mL。

A.5 试验步骤

A.5.1 蒸馏液的制备

称取 10 g 粉煤灰样品(m_2),准确至 0.01 g,放入 250 mL 烧杯中。另用量筒(A.4.2.6)量取约 210 mL 蒸馏水,将蒸馏水与粉煤灰混合均匀并移入 500 mL 蒸馏瓶(A.4.2.1)中。为使粉煤灰能全部转入蒸馏瓶中,烧杯应冲洗两次。

在蒸馏瓶中加入约 0.2g 氢氧化钠(A.3.2),迅速连接好蒸馏装置并确保密封以防氨逸出,待蒸馏。

移取 20.00 mL 硫酸溶液(A.3.6)于 250 mL 烧杯中,加入 3~4 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(A.3.8)。将蒸馏瓶出口玻璃管插入烧杯底部硫酸溶液中。

加热蒸馏,当烧杯内蒸馏液体积达到 200 mL 后停止加热,卸下蒸馏瓶,用水冲洗冷凝管,并将洗涤液收集在烧杯中。

A.5.2 滴定

用氢氧化钠标准溶液(A.3.7)回滴蒸馏后收集到烧杯中的溶液,直至指示剂由亮紫色变为灰绿色,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积为 V_2 。

A.5.3 空白试验

按照 A.5.1~A.5.2 同样的分析步骤、试剂和用量,不加粉煤灰试料进行平行操作,制备空白试样两份,测定空白试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,并取平均值 V_3 。试验用水不变的情况下,空白试验只进行一次。

A.5.4 计算

粉煤灰中铵离子含量 w 按式(A.2)计算。

$$w = \frac{(V_3 - V_2) \times c \times 0.018\ 04}{m_2} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- w ——粉煤灰中铵离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——氢氧化钠标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定试料溶液消耗氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- 0.018 04 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的铵离子的质量,单位为千克每摩尔(kg/mol);
- m_2 ——试料质量,单位为克(g)。

A.6 允许差

本标准所列允许差均为绝对偏差。

同一试验室的允许差是指:同一分析试验室同一分析人员(或两个分析人员),采用本标准所列方法分析同一试样时,两次分析结果应符合允许差(见表 A.1)规定。如超出允许范围,应在短时间内进行第三次测定(或第三者的测定),测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合允许差规定时,则取其平均值,否则,应查找原因,重新按上述规定进行分析。

不同试验室的允许差是指:两个试验室采用本标准所列方法对同一试样各自进行分析时,所得分析结果的平均值之差应符合允许差(见表 A.1)规定。

表 A.1 测定结果的允许差

单位为毫克每千克

成分	含量范围	同一试验室的允许差	不同试验室的允许差
铵离子含量	≤ 300	20	40
	> 300	30	50

附 录 B

(规范性附录)

粉煤灰中铵离子含量检验方法 电极法

B.1 原理

将粉煤灰与水混合,使粉煤灰中铵离子转移至滤液中,用滤纸过滤混合液。然后通过向滤液中加入一定量的离子强度调节剂使待测液 pH 值 >12 ,将滤液中的 NH_4^+ 转换成 NH_3 ,使用高性能氨气敏电极分析测定滤液中 NH_3 的含量,计算出粉煤灰中的铵离子含量。

B.2 试验的基本要求

同 A.2。

B.3 试剂和材料

B.3.1 氯化铵

将氯化铵(NH_4Cl ,优级纯)在 $110\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h,在干燥器中冷却至室温,密闭避光保存。

B.3.2 氨储备液(1 mg/mL, NH_3)

准确称取 0.314 2 g 经 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 1 h 的氯化铵。用少量水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀,此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氨。

B.3.3 氨标准溶液的配制

试验开始前,将氨储备液(B.3.2)按以下要求逐级稀释成浓度差为 10 倍的氨标准溶液。

- a) 氨标准溶液 1(0.1 mg/mL, NH_3):测试前用移液管准确移取 10 mL 氨储备液(B.3.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- b) 氨标准溶液 2(0.01 mg/mL, NH_3):测试前用移液管准确移取 10 mL 氨标准溶液 1 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- c) 氨标准溶液 3(0.001 mg/mL, NH_3):测试前用移液管准确移取 10 mL 氨标准溶液 2 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.3.4 离子强度调节剂(ISA)

离子强度调节剂为高性能氨气敏电极专用试剂,用于调节待测溶液 pH 值,为测量过程提供稳定的背景离子强度。

B.4 仪器与设备

B.4.1 电子天平:分度值不大于 0.01 g。

B.4.2 分析天平:分度值不大于 0.000 1 g。

B.4.3 高性能氨气敏电极。

B.4.4 铵离子分析仪。

B.4.5 磁力搅拌器。

B.4.6 玻璃容量器皿:100 mL 容量瓶、50 mL 量筒、25 mL 烧杯、250 mL 烧杯。

B.4.7 滤纸:有条件时使用玻璃纤维滤纸进行过滤。如使用快速定量滤纸,应进行空白试验,扣除快速定量滤纸中 NH_4^+ 的影响。

B.4.8 pH 试纸:广泛试纸(1~14)。

B.5 试验步骤

B.5.1 高性能氨气敏电极斜率的校对

按测定仪器及电极使用说明书,用氨标准溶液 1、氨标准溶液 2、氨标准溶液 3(B.3.3)对氨气敏电极进行校正,当溶液温度在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,电极斜率应在 $-54\text{ mV}\sim -60\text{ mV}$ 之间。

B.5.2 滤液的制备

称取 10 g 粉煤灰样品(m_3),准确至 0.01 g,放入 250 mL 烧杯中。准确吸取 100 mL 蒸馏水于盛有粉煤灰样品的烧杯中,放入搅拌子,置于磁力搅拌器上,控制搅拌速度 300 r/min,连续搅拌 10 min,停止搅拌,用快速定量滤纸过滤,滤液密封保存,待测。

B.5.3 测定

取待测溶液 20 mL 于 25 mL 烧杯中,放入搅拌子,置于磁力搅拌器上,加入离子强度调节剂(B.3.4)调节待测液,使得待测溶液 pH 值 >12 ,启动磁力搅拌器并保证待测试样液面平稳。当待测溶液温度在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,将氨气敏电极插入待测溶液中,注意电极不要碰到磁力搅拌棒,待电极示值稳定时读数 D_1 。

测定完成后,应及时用蒸馏水冲洗氨气敏电极,直至电极示值不高于 0.01 mg/kg。为保证被测溶液的数据可靠,连续测量时,每 2 h 使用接近被测溶液浓度的氨标准溶液(B.3.3)进行一次验证,当验证值与标准值偏差大于 5%时,应对电极进行重新校正。

B.5.4 空白试验

按照 B.5.1~B.5.3 同样的分析步骤,不加粉煤灰试料进行平行操作,制备空白试样两份,用电极测定空白试样,并取平均值 D_2 。对于同一批样品, D_2 只做一次。

B.5.5 计算

粉煤灰中铵离子含量 w 按式(B.1)计算。

$$w = \frac{(D_1 - D_2) \times 100}{m_3} \times 1.059 \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

w ——粉煤灰中铵离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

D_1 ——测定被测粉煤灰样品时的电极示值,单位为毫克每升(mg/L);

D_2 ——空白试验时的电极示值,单位为毫克每升(mg/L);

100 ——粉煤灰滤液制备时准确吸取的蒸馏水体积,单位为毫升(mL);

m_3 ——粉煤灰试样的质量,单位为克(g);

1.059 ——氨对铵离子(NH_4^+)的换算系数。

B.6 允许差

同 A.6。



附 录 C

(规范性附录)

粉煤灰中铵离子含量检验方法 纳氏试剂分光光度法

C.1 原理

将粉煤灰与水混合,调整 pH 值至碱性进行蒸馏后,用稀硫酸溶液吸收蒸馏出的 NH_3 ,使粉煤灰中铵离子转移至蒸馏液中。以铵离子(NH_4^+)形式存在的氨氮与碘化汞和碘化钾的碱性溶液反应,生成淡红棕色络合物,该络合物的吸光度与氨氮含量成正比,于波长 420 nm 处测定吸光度,通过蒸馏液中的氨氮含量,计算出粉煤灰中的铵离子含量。

C.2 试验的基本要求

同 A.2。

C.3 试剂和材料

C.3.1 酒石酸钾钠

称取 50.0 g 酒石酸钾钠溶于 100 mL 水中,加热煮沸以驱除氨,冷却后稀释至 100 mL,用时现配。

C.3.2 纳氏试剂[碘化汞-碘化钾-氢氧化钠($\text{HgI}_2\text{-KI-NaOH}$)溶液]

称取 16.0 g 氢氧化钠,溶于 50 mL 水中,冷却至室温。

称取 7.0 g 碘化钾和 10.0 g 碘化汞,溶于水中,然后将此溶液在搅拌下,缓慢加入到上述 50 mL 氢氧化钠溶液中,用水稀释至 100 mL。贮于聚乙烯瓶内,用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧,避光存放,有效期 1 年。

C.3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)

称取 20 g 氢氧化钠溶于水中,加水稀释到 100 mL。

C.3.4 氨氮标准溶液

C.3.4.1 氨氮标准储备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)

称取 3.819 0 g 已在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~ 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥过 2 h 的氯化铵(NH_4Cl ,优级纯),溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。此溶液含氨氮(N)1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

此溶液可在 2 $^{\circ}\text{C}$ ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ 保存 1 个月。

C.3.4.2 氨氮标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$)

吸取 5.00 mL 氨氮标准储备溶液(C.3.4.1)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,用时现配。

C.3.4.3 氨氮标准工作曲线的绘制

在 8 个 50 mL 比色管中,分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、

8.00 mL和 10.00 mL 氨氮标准溶液(C.3.4.2),其所对应的氨氮含量分别为 0.0 μg、5.0 μg、10.0 μg、20.0 μg、40.0 μg、60.0 μg、80.0 μg 和 100 μg,加水稀释至标线,加 1.0 mL 酒石酸钾钠溶液(C.3.1),加 1.0 mL 的纳氏试剂(C.3.2),混匀,放置 10 min。用分光光度计(C.4)在波长 420 nm 处,用 10 mm 比色皿,以水为参比,测定吸光度。

以吸光度为纵坐标,以其对应的氨氮含量(μg)为横坐标,绘制工作曲线。

C.4 分光光度计

波长范围 200 nm~700 nm,带有 10 mm 比色皿。

C.5 试验步骤

C.5.1 溶液制备

按照 A.5.1 制备蒸馏液,在 pH 计指示下用氢氧化钠溶液(C.3.3)调节溶液的 pH 至 6.0~7.0 之间,溶液转移到 250 mL 容量瓶中,定容,摇匀。

C.5.2 分析步骤

移取适量体积的稀硫酸吸收液 V_4 (移取体积视样品氨含量而定),加入 50 mL 比色管中,加水稀释到标线,加 1.0 mL 酒石酸钾钠溶液(C.3.1),加 1.0 mL 的纳氏试剂(C.3.2),混匀,放置 10 min。用分光光度计(C.4),在波长 420 nm 处,用 10 mm 比色皿,以水为参比,与(C.4)相同的仪器条件下测定吸光度,根据标准工作曲线,计算溶液的氨氮含量(m_4)。

C.5.3 结果的计算与表示

粉煤灰中铵离子含量 w 按式(C.1)计算。

$$w = \frac{(m_4 - m_0) \times 250}{V_4 \times m_2} \times 1.286 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- w ——粉煤灰中铵离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m_4 ——从标准工作曲线上计算得到的氨氮(N)的质量,单位为微克(μg);
- m_0 ——空白试验从标准工作曲线上得到的氨氮(N)的质量,单位为微克(μg);
- V_4 ——移取的用于显色的溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_2 ——试样质量,单位为克(g);
- 250 ——容量瓶的体积,单位为毫升(mL);
- 1.286 ——氨氮(N)对铵离子(NH₄⁺)的换算系数。

C.6 允许差

同 A.6。



附 录 D
(规范性附录)

粉煤灰中铵离子含量检验方法 离子色谱法

D.1 原理

将粉煤灰与水混合,调整 pH 值至碱性后进行蒸馏,用稀硫酸溶液吸收蒸馏出的 NH_3 ,使粉煤灰中铵离子转移至蒸馏液中,用离子色谱法定量。采用阳离子分析柱分离,以铵离子的保留时间定性,峰面积或峰高定量,测定吸收液中铵离子(NH_4^+)的浓度,计算出粉煤灰中的铵离子含量。

D.2 试验的基本要求

同 A.2。

D.3 铵标准溶液

D.3.1 铵标准储备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)

有证标准物质/标准样品,铵标准溶液:含铵(NH_4^+)1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

D.3.2 铵标准溶液的配制(100 $\mu\text{g/mL}$)

吸取 25.00 mL 铵标准储备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

D.3.3 铵标准工作曲线的绘制

根据实际需要配制铵标准工作溶液,采用逐级稀释法,同时用水作空白溶液,标准工作溶液中的铵离子浓度通常为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 。此溶液用时现配。

按照离子色谱使用说明书的要求接通电源,调试仪器处于最佳工作状态。安装好阳离子色谱柱、流动相,系统平衡至基线平稳时,将系列标准溶液注入离子色谱,得到色谱图,测定所得色谱的峰面积或峰高。用测得的峰面积或峰高作为对应的铵离子浓度的函数,绘制工作曲线。

D.4 离子色谱仪

离子色谱仪主要包括:

- a) 电导检测器。
- b) 阳离子色谱柱。
- c) 淋洗液:1.7 mmol/L 硝酸,1.7 mmol/L 吡啶二羧酸,淋洗液浓度和流速根据仪器性能可自行设定。
- d) 一次性注射器:容量 1.0 mL、2.5 mL。
- e) 滤膜:0.22 μm 水性滤膜。

D.5 试验步骤

D.5.1 溶液制备

按照 A.5.1 制备蒸馏液,在 pH 计指示下用氢氧化钠溶液(C.3.3)调节溶液的 pH 值至 6.0~7.0 之间,溶液转移到 250 mL 容量瓶中,定容,摇匀。

D.5.2 测定

溶液用 0.22 μm 水性滤膜过滤,在与铵标准工作曲线的绘制相同的仪器条件下,将空白溶液和试样溶液注入离子色谱仪(D.4)中分离,得到色谱图,测定所得色谱峰的峰面积或峰高。在工作曲线上求出空白溶液铵离子(NH₄⁺)的浓度(*c*₀)和试样溶液中铵离子(NH₄⁺)的浓度(*c*₁)。

D.5.3 结果的计算与表示

粉煤灰中铵离子含量 *w* 按式(D.1)计算。

$$w = \frac{(c_1 - c_0) \times 250}{m_2}$$

.....(D.1)

式中:

- w* ——粉煤灰中铵离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c*₁ ——从工作曲线上计算得到的铵离子(NH₄⁺)的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c*₀ ——空白试验铵离子(NH₄⁺)的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- m*₂ ——试样质量,单位为克(g);
- 250 ——容量瓶的体积,单位为毫升(mL)。

D.6 允许差

同 A.6。
