

ICS 71.060.50
分类号: X 35
备案号: 55593-2016



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5019—2016

制盐工业（盐及盐化工产品） 通用检测方法 铵的测定

General test method in salt industry (salt and salt chemical
products)-Determination of ammonium

2016-07-11 发布

2017-01-01 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给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国盐业标准化技术委员会（SAC/TC 295）归口。

本标准起草单位：国家盐产品质量监督检验中心、广东省质量监督盐业产品检验站、大连雅特盐业有限公司、中盐工程技术研究院有限公司。

本标准主要起草人：周洋、罗卫、冯立军、于珊。

本标准为首次发布。

制盐工业（盐及盐化工产品）

通用检测方法 铵的测定

1 范围

本标准规定了盐及盐化工产品中铵的测定方法。

本标准适用于盐及盐化工产品中铵的测定。

当样品质量为25 g，使用20 mm比色皿时，本方法的检出限为0.27 mg/kg，测定下限为1 mg/kg，测定上限为20 mg/kg（均以 NH_4^+ 计）。

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，仅所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。

3 原理

试料加适量水溶解后，调节试料溶液的pH在6.0~7.4，加入轻质氧化镁使呈微碱性，蒸馏释放出的氨用酸性溶液吸收。蒸馏完毕后，调节吸收液的pH至中性，取定量体积的吸收液与纳氏试剂反应生成红棕色络合物，该络合物的吸光度与铵的含量成正比，于波长420 nm处测量吸光度。

4 试剂

4.1 试剂规格

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。实验用水按4.2制备。

4.2 无氨水

在无氨环境中用下述方法之一制备，达到GB/T 6682中规定的二级水标准，密闭保存，有效期1个月。

——离子交换法：蒸馏水通过强酸型阳离子交换树脂（氢型）柱，将流出液手机在带有磨口塞的玻璃瓶内。每升流出液加10 g同样的树脂，以利于保存；

——蒸馏法：在1 000 mL的蒸馏水中，加0.1 mL浓硫酸[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=18\text{ mol/L}$]，在全玻璃整流器中进行常压沸腾蒸馏，弃去前50 mL馏出液，然后将约800 mL馏出液手机在带有磨口塞的玻璃瓶内。每升馏出液加10 g强酸型阳离子交换树脂（氢型）；

——纯水器法：用市售纯水器直接制备。

4.3 轻质氧化镁（MgO）

在500 °C下加热氧化镁1 h，以除去碳酸盐，冷却后备用，密闭保存，有效期1个月。

4.4 浓盐酸， $c(\text{HCl})=12\text{ mol/L}$

4.5 盐酸溶液， $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$

取8.5 mL浓盐酸（4.4）于100 mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀后储存于试剂瓶中备用。

4.6 氢氧化钠溶液， $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$

称取4 g氢氧化钠溶于水中，稀释至100 mL，密闭保存，有效期1个月。

4.7 酒石酸钾钠溶液， $\rho=500\text{ g/L}$

称取50.0g酒石酸钾钠（ $\text{KNaC}_4\text{H}_6\text{O}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ）溶于100 mL水中，加热煮沸以除氨，充分冷却后稀释至100 mL，密闭保存，有效期1个月。

QB/T 5019—2016

4.8 溴百里酚蓝指示剂, $\rho=0.5\text{ g/L}$

称取0.05 g溴百里酚蓝溶于50 mL水中, 加入10 mL无水乙醇, 用水稀释至100 mL。

4.9 纳氏试剂, 可选择下列方法的一种配制

4.9.1 二氯化汞-碘化钾-氢氧化钾 ($\text{HgCl}_2\text{-KI-KOH}$) 溶液

警告——二氯化汞 (HgCl_2) 为剧毒物质, 避免经皮肤和口腔接触。

称取15.0 g氢氧化钾 (KOH), 溶于50 mL水中, 冷却至室温。

称取5.0 g碘化钾 (KI), 溶于10 mL水中, 在搅拌条件下, 将2.5 g二氯化汞 (HgCl_2) 粉末分多次加入碘化钾溶液中, 直到溶液呈深黄色或出现淡红色沉淀时, 充分搅拌混合并滴加二氯化汞饱和溶液至出现少量朱红色沉淀后停止滴加。

在搅拌条件下, 将冷却的氢氧化钾溶液缓慢地加入到上述二氯化汞和碘化钾的混合液中, 并稀释至100 mL, 于暗处静置24 h, 倾出上清液, 贮于聚乙烯瓶内, 用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧, 存放暗处, 可稳定1个月。

4.9.2 碘化汞-碘化钾-氢氧化钠 ($\text{HgI}_2\text{-KI-NaOH}$) 溶液

警告——碘化汞 (HgI_2) 为剧毒物质, 避免经皮肤和口腔接触。

称取16.0 g氢氧化钠 (NaOH), 溶于50 mL水中, 冷至室温。

称取7.0 g碘化钾 (KI) 和10.0 g碘化汞 (HgI_2), 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, 于暗处存放, 有效期1年。

4.10 铵标准储备液, $c_{\text{NH}_4^+}=1\ 000\ \mu\text{g/mL}$

称取2.965 6 g氯化铵 (NH_4Cl , 优级纯, 在100 °C~105 °C干燥2 h), 溶于水中并于1 000 mL容量瓶中定容, 摇匀, 可在2 °C~5 °C保存1个月。

4.11 铵标准工作液, $c_{\text{NH}_4^+}=10\ \mu\text{g/mL}$

吸取5.00 mL铵标准储备液 (4.10) 于500 mL容量瓶中, 定容, 摇匀。临用前配制。

5 仪器和设备

5.1 可见分光光度计

具 20 mm 比色皿。

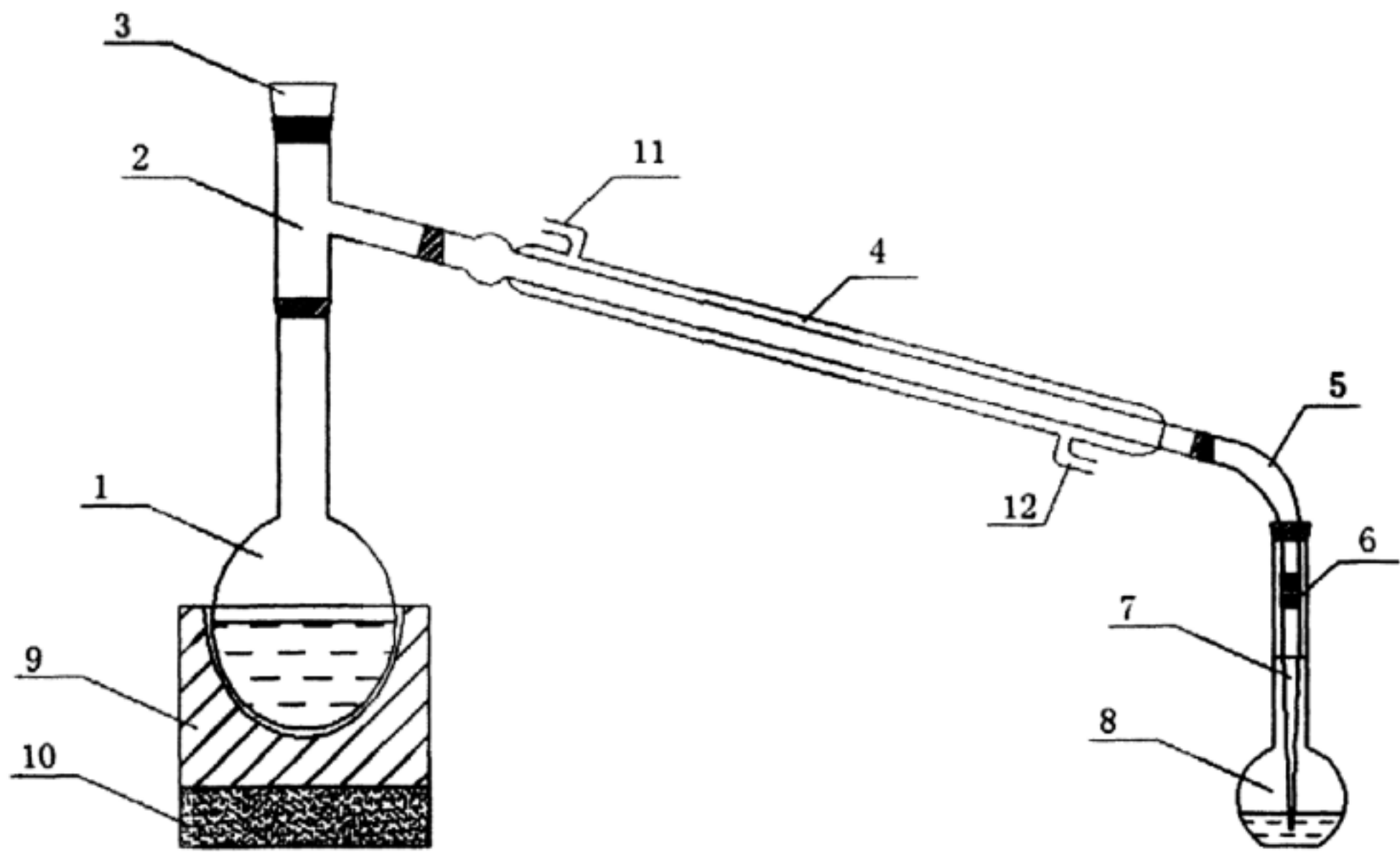
5.2 常用玻璃器皿

使用经过检定的容量器皿和量器。

5.3 氨的蒸馏装置

氨的蒸馏装置见图1。

蒸馏装置由500 mL凯式烧瓶、蒸馏弯头、直形冷凝管和牛角管组成, 牛角管末端可连接一段适当长度的滴管, 使出口尖端浸入吸收液液面以下。蒸馏装置各部分应有效固定。



- 说明：
- 1——凯氏烧瓶；
 - 2——蒸馏弯头；
 - 3——磨口玻璃塞；
 - 4——直型冷凝管；
 - 5——牛角管；
 - 6——乳胶管连接；
 - 7——滴管；
 - 8——容量瓶；
 - 9——电热套；
 - 10——垫块；
 - 11——冷水出口；
 - 12——冷水进口。

图1 氨的蒸馏装置图

6 分析步骤

6.1 预蒸馏

将50 mL无氨水（4.2）移入干燥、洁净的250.00 mL容量瓶内，滴加盐酸溶液（4.5）4滴，确保牛角管出口在吸收液液面之下。称取适量的试料（铵含量不超过500 μg），精确到0.01 g，移入烧瓶中，加入250 mL无氨水，加2滴溴百里酚蓝指示剂（4.8），必要时，用氢氧化钠溶液（4.6）或盐酸溶液调整pH至6.0（指示剂呈黄色）～7.4（指示剂呈蓝色）之间，加入0.25 g轻质氧化镁（4.3）及数粒玻璃珠，立即连接冷凝管，常压沸腾蒸馏。待馏出液达200 mL时，停止蒸馏。取下容量瓶，加水定容至250.00 mL，摇匀，此溶液A用于铵含量的测定。

6.2 校准曲线

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铵标准工作液（4.11），其所对应的铵含量分别为0.0 μg、5.0 μg、10.0 μg、20.0 μg、40.0 μg、60.0 μg、80.0 μg和100 μg，加水至标线。加入1.0 mL酒石酸钾钠溶液（4.7），摇匀，再加入1.5 mL纳氏

QB/T 5019—2016

试剂（4.9.1）或1.0 mL纳氏试剂（4.9.2），摇匀。放置10 min后，在波长420 nm下，用20 mm比色皿，以水作参比测量吸光度。

以吸光度为纵坐标、铵含量为横坐标绘制校准曲线，吸光度值需要经空白校正。

6.3 试料测定

取适量体积的预蒸馏（6.1）处理后的溶液A，精确到0.01 mL，置于50 mL比色管中，加水至标线。加入1.0 mL酒石酸钾钠溶液，摇匀，再加入1.5 mL纳氏试剂（4.9.1）或1.0 mL纳氏试剂（4.9.2），摇匀。放置10 min后，在波长420 nm下，用20 mm比色皿，以水作参比测量吸光度。

6.4 空白试验

用250 mL无氨水按预蒸馏操作处理后，按与试料相同的步骤进行测定。

7 结果计算

试料中铵的含量按公式（1）计算：

$$\omega_{\text{NH}_4^+} = \frac{A - A_0 - a}{b \times m \times V / 250.00} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\omega_{\text{NH}_4^+}$ ——试料中铵的质量分数（以 NH_4^+ 计），单位为毫克每千克（mg/kg）；

A ——溶液A的吸光度；

A_0 ——空白试验的吸光度；

a ——校准曲线的截距；

b ——校准曲线的斜率；

m ——称取的试料质量，单位为克（g）；

V ——测试时取的溶液A的体积，单位为毫升（mL）；

250.00 ——吸收用容量瓶的体积，单位为毫升（mL）。

8 重复性精密度

在同一实验室，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测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不应大于算数平均值的10%。



QB/T 5019—2016

中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
制盐工业（盐及盐化工产品）
通用检测方法 铵的测定
QB/T 5019—2016

*

中国轻工业出版社出版发行
地址：北京东长安街 6 号
邮政编码：100740
发行电话：(010) 6524 1695
网址：<http://www.chlip.com.cn>
Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑
地址：北京西城区下斜街 29 号
邮政编码：100053
电话：(010) 68049923/24/25

*

版权所有 侵权必究
书号：155019·4813
印数：1—200 册 定价：18.00 元