

Z 16



中华人民共和国国家标准

GB/T 7481—1987

水质 铵的测定 水杨酸分光光度法

Water quality—Determination of ammonium—
Spectrophotometric method with salicylic acid

1987-03-14 发布

1987-08-01 实施

国家环境保护局 发布

水质 铵的测定
水杨酸分光光度法Water quality—Determination of ammonium—
Spectrophotometric method with salicylic acid

本标准等效采用 ISO 7150/1—1984《水质——铵的测定——第一部分 手动分光光度法》。

本标准根据我国标准的格式对 ISO 7150/1—1984 标准作了部分修改，删略了 ISO 7150/1—1984 中第 11 章的《步骤的注解》和第 12 章的《实验报告》。

本标准与 ISO 7150/1—1984 标准技术上的差异为：

a. 本标准用次氯酸钠溶液代替 ISO 7150/1—1984 标准中使用的 N, N'-二氯代-1, 3, 5-三氮杂苯-2, 4, 6 (1H, 3H, 5H,) -三酮钠盐 (N, N'-dichloro-1, 3, 5-triazine-2, 4, 6 (1H, 3H, 5H,) -trione, strione, sodium salt, 又名二氯异三聚氰酸钠 (sodium dichloroisocyanurate)) 作为显色剂之一。

b. 本标准用酒石酸钾钠代替 ISO 7150/1—1984 标准中的柠檬酸盐作为掩蔽剂。

c. 本标准采用的测量波长是 697 nm, ISO 7150/1—1984 标准采用的测量波长则是 655 nm。

d. 本标准的最大试份体积为 8 ml。

1 适用范围

1.1 样品类型

本标准适用于分析饮用水及大部分原水和废水；亦可用于分析土壤和植物。

用于色度深或水体中共存离子超过允许量（附录 A）时则应在测定前加以蒸馏处理（第 9 章）。

1.2 范围

使用的最大试份体积为 8 ml 时，铵氮浓度可测定到高达 1 mg/L。浓度更高时，可取更少的试份。

1.3 检出限

当使用 10 mm 比色皿，试份体积为 8 ml 时，最低检出浓度为 0.01 mg/L。

1.4 灵敏度

在显色产物的最大吸收波长，求得表观摩尔吸收光系数 $\epsilon'_{697} = 1.5 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

2 原理

在亚硝基五氰络铁 (Ⅲ) 酸钠 [sodium nitroso pentacyanoferate (Ⅲ), 或称硝普钠, sodium nitroprusside] 存在下，铵与水杨酸盐和次氯酸离子反应生成蓝色化合物，在约 697 nm 用分光光度计加以测定。

在 pH11.7 有硝普钠存在下，氯胺与水杨酸钠发生反应，所有样品中的氯胺都定量地被测定。加酒石酸钾钠掩蔽阳离子特别是钙镁的干扰。

3 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和按 3.1 的叙述制备的水。

3.1 水，无氨，按下述方法之一来制备。

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，流出液收集在带有密封玻

璃塞的玻璃瓶中。每升流出液加入 10 g 同类树脂以利于保存。

3.1.2 蒸馏法：向 1 000±10 ml 蒸馏水中加入 0.10±0.01 ml 的硫酸 ($\rho=1.84$ g/ml)，并在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，弃去前 50 ml 馏出液，然后将馏出液收集在带有密封玻璃塞的玻璃瓶中。每升收集的馏出液加入 10 g 强酸性阳离子交换树脂（氢型）。

3.2 铵氮标准溶液， $\rho_N=1\ 000$ mg/L。

将 3.819±0.004 9 g 氯化铵（在 105℃至少干燥 2 h），溶于约 200 ml 水中，移入 1 000 ml 容量瓶中，加水稀释至标线。

1 ml 本标准溶液含 1 mg 铵氮。

贮存于盖好的玻璃瓶中，此溶液至少稳定 1 个月。

3.3 铵氮标准溶液， $\rho_N=100$ mg/L。

用吸管吸取 100.0 ml 铵氮标准溶液（3.2）放入 1 000 ml 容量瓶中，加水稀释至标线。

1 ml 本标准溶液含 0.1 mg 铵氮。

贮存在封好的玻璃瓶中，此溶液至少稳定 1 星期。

3.4 铵氮标准溶液， $\rho_N=1$ mg/L。

用吸管吸取 10.00 ml 铵氮标准溶液（3.3）放入 1 000 ml 容量瓶中，加水稀释至刻度。

1 ml 本标准溶液含 1.0 μg 铵氮。

临用前配制此溶液。

3.5 显色液

称取 50±0.5 g 水杨酸 [$C_6H_4(OH)COOH$]，加入约 100 ml 水（3.1）再加入 160±2 ml 2 mol/L 氢氧化钠溶液，搅拌使之完全溶解；再称取 50±1 g 酒石酸钾钠 ($C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$)，溶于水（3.1）中，与上述溶液合并移入 1 000 ml 容量瓶中，加水（3.1）稀释至标线。

存放于棕色玻璃瓶中，本试剂至少稳定一个月。

注：若水杨酸未能全部溶解，可再加入数毫升 2 mol/L 氢氧化钠溶液，直至完全溶解为止；最后溶液的 pH 值为 6.0~6.5。

3.6 次氯酸钠原液

可购买商品试剂。亦可以自己制备，详细的制备方法见附录 B.1。

存放于塑料瓶中，每次使用前应标定其有效氯浓度和游离碱浓度（以 NaOH 计），标定方法详见附录 B.2 和附录 B.3。

3.7 次氯酸钠溶液

取经标定的次氯酸钠溶液（3.6），用氢氧化钠溶液稀释成含有效氯浓度为 0.35% (m/V)，游离碱浓度为 0.75 mol/L（以 NaOH 计）的次氯酸钠溶液。

存放于棕色滴瓶内，本试剂可稳定一星期。

3.8 亚硝基五氰络铁（Ⅲ）酸钠溶液

称取约 0.1 g 亚硝基五氰络铁酸钠二水合物 $\{Na_2 [Fe(CN)_5NO] \cdot 2H_2O\}$ 置于 10 ml 具塞比色管中，加水至标线，密塞，充分振荡，使之溶解。

此溶液临用前配制。

3.9 清洗溶液

将 100±2 g 氢氧化钾溶于 100±2 ml 水中，冷却溶液并加 900±50 ml 95% (V/V) 的乙醇。将此溶液贮存在聚乙烯瓶内。

4 仪器

常用实验室仪器及：

4.1 分光光度计：能在波长 697 nm 处操作，配有光程长为 5~30 mm 的比色皿。

4.2 滴瓶：其滴出体积的大小，1 ml 相当于 20±1 滴。所有玻璃器皿均应用清洗溶液（3.9）仔细清