

ICS 27.100

F 59

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1984 — 2019

燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定 分光光度法

Determination of ammonia content in fly ash of coal-fired boiler—
Spectrophotometric method

行业标准信息平台

2019-06-04 发布

2019-10-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器与设备.....	2
6 样品采集与预处理.....	2
7 试验步骤.....	3
8 结果计算.....	3

行业标准信息平台

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业环境保护标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：国网浙江省电力有限公司电力科学研究院、国电科学技术研究院有限公司、国网山东省电力公司电力科学研究院、江苏方天电力技术有限公司。

本标准主要起草人：周飞梅、钱洲亥、朱法华、李治国、周思旭、李乐丰、吴锁贞、金东春、于志勇、明菊兰、尉院春、李海燕、曹志勇、冯礼奎、程一杰。

本标准 20 年 月 日首次发布。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心(北京市白广路二条1号, 100761)。

行业标准信息服务平台

燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定 分光光度法

警示——本标准中使用的可能涉及某些有危险的材料、操作和设备，但并未对此有关的所有安全问题都提出建议，使用者在使用本标准之前有责任制定相应的安全和保护措施，并明确其受限制的适用范围。

1 范围

本标准规定了燃煤锅炉飞灰中氨含量测定的分光光度法。

本标准适用于燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定。

本标准规定的方法和步骤，测定下限为 2.3mg/kg，检出限为 0.58mg/kg。

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 分析实验室用水的规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

DL/T 414 火电厂环境监测技术规范

3 原理

飞灰加水并碱化蒸馏，馏出液用硼酸溶液吸收，吸收液中的铵离子与纳氏试剂反应生成的络合物于波长 420nm 处测量吸光度，根据飞灰量和测得的铵离子量计算飞灰中的氨含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯化学试剂。（悬置段，放总则？）

4.1 水：符合 GB/T 6682 中一级水的技术要求。

4.2 轻质氧化镁：在 500℃ 下加热氧化镁(MgO)0.5h，以除去碳酸盐。

4.3 纳氏试剂(碘化汞-碘化钾-氢氧化钠(HgI₂-KI-NaOH)溶液)：称取 16.0g 氢氧化钠(NaOH)，溶于 50mL 水，冷却至室温。称取 7.0g 碘化钾(KI)和 10.0g 碘化汞(HgI₂)，一并溶于少量水后，在搅拌下缓慢加入到 50mL 氢氧化钠溶液中，用水稀释至 100mL。贮于聚乙烯瓶内，用橡胶塞或聚乙烯盖子盖紧，避光存放，有效期 1 年。

4.4 酒石酸钾钠溶液：500g/L，称取 50.0g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_6\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于水，加热煮沸，充分冷却后稀释至 100 mL。

4.5 氢氧化钠溶液：1mol/L，称取 4 g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于水，稀释至 100 mL。

4.6 硼酸溶液：20 g/L，称取 20 g 硼酸(H_3BO_3)溶于水，稀释至 1L。

4.7 铵离子标准溶液

4.7.1 铵离子标准贮备溶液：1000mg/L，称取 2.9654g 优级纯氯化铵 (NH_4Cl ，105°C~110°C 干燥 2h)，溶于水，在 1000mL 容量瓶中用水定容，贮于聚丙烯或高密度聚乙烯瓶。该溶液在 2°C~5°C 下存放，有效期 1 个月。

4.7.2 铵离子标准工作溶液：10mg/L，取 5.00mL 铵离子标准贮备溶液(4.7.1)于 500mL 容量瓶中，用水定容。

5 仪器与设备

5.1 可见分光光度计：配有 20mm 比色皿。

5.2 氨氮蒸馏装置：由调温加热器、500mL 凯氏烧瓶、氮球、冷凝管、导管和锥形瓶组成，冷凝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下。也可使用 500mL 蒸馏烧瓶代替凯氏烧瓶。如图 1 所示。

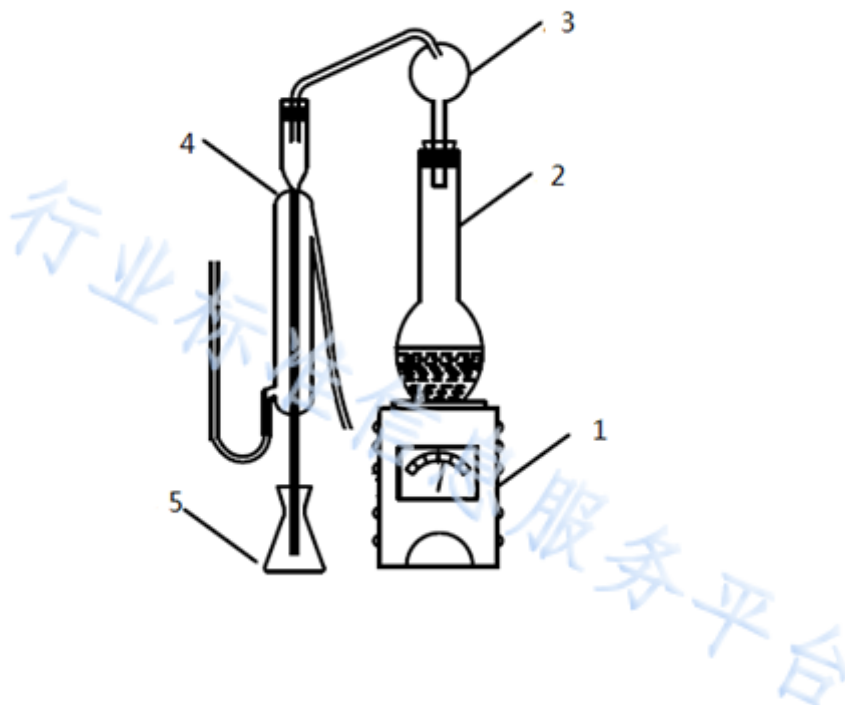


图 1 氨氮蒸馏装置示意图

1 调温加热器 2 凯氏烧瓶 3 氮球 4 冷凝管 5 锥形瓶

6 样品采集与预处理

6.1 样品的采集与保存

烟道气飞灰的采集应按照 DL/T414 规定进行；其中采样位置应根据 GB/T16157 规定，以保证样品的代表性。采集后的样品应用自封袋密封保存，并在 7 天内分析。

6.2 样品预蒸馏

锥形瓶内加入 50mL 硼酸溶液（4.6），确保冷凝管出口在硼酸溶液的液面之下。称取混合均匀的飞灰样 20g，精确到 0.0001g，移入凯氏烧瓶，加入 250mL 水，加入 0.25g 轻质氧化镁（4.2）及数粒玻璃珠，立即连接氮球和冷凝管。加热蒸馏，控制加热温度，确保凯氏烧瓶内液体处于稳定沸腾且不爆沸，馏出液速率一般控制在 10mL/min 左右，待馏出液总量不少于 100mL 时，停止蒸馏。将锥形瓶内液体全部转移至 250mL 容量瓶并用水定容。此溶液为待测试样原液，应在 24 小时内完成分析。

7 试验步骤

7.1 仪器的准备

按照分光光度计使用说明书的要求，接通电源并调试仪器使之处于正常工作状态。

7.2 校准曲线的建立

在 8 支 50mL 比色管中，分别加入铵离子标准工作溶液（4.7.2）0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 和 10.00mL，加水（4.1）稀释至刻度，混匀后加入 1.0mL 酒石酸钾钠溶液（4.4），混匀。再依次加入 1.0mL 纳氏试剂（4.3），混匀。放置 10min，在波长 420nm 下，用 20mm 比色皿，以水作参比，在 20min 内完成吸光度测量。

以铵离子质量（ μg ）为横坐标，以空白校正后的吸光度为纵坐标，建立校准曲线。

7.3 样品分析

取 25mL 待测试样原液（6.3）到 50mL 比色管，加入一定量的氢氧化钠溶液（4.5），调节水样 pH 值至 7~8（可用 pH 试纸检测水样 pH 值），用水稀释至 50mL 标线，再按校准曲线相同的步骤测量吸光度。当待测试样原液吸光度超出校准曲线范围时，应稀释待测试样原液后测定。

7.4 空白实验

用 20mL 水（4.1）代替飞灰，按与样品相同的分析步骤进行吸光度测量。

8 结果计算

8.1 待测试样原液铵离子的质量浓度按公式（1）计算：

$$C_0 = \frac{A_s \times f - A_b - a}{b \times 25} \quad (1)$$

式中：C₀——待测试样原液中铵离子的质量浓度（以 NH₄⁺ 计），单位为毫克每升（mg/L）；

A_s——待测试样的校正吸光度；

A_b——空白试验的校正吸光度；

a —— 校准曲线的截距；

b —— 校准曲线的斜率；

25——测定时移入比色管的待测试液体积，单位为毫升（mL）；

f ——测定时待测试样原液的稀释倍数，未稀释时为 1。

8.2 按公式（2）计算飞灰中的氨含量。

$$C = \frac{C_0 \times 250}{m} \times 0.944 \quad (2)$$

式中：C ——飞灰氨含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C₀ ——待测试样原液的铵离子浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——飞灰的质量，单位为克（g）；

250——待测试样原液的体积，单位为毫升（mL）；

0.944——铵离子与氨的换算系数。

计算结果按照 GB/T8170 标准规定修约，取重复测定的两个结果的算术平均值作为报告值。两次结果相对标准偏差在氨含量不大于 10mg/kg 时，应控制在 7% 以内，在氨含量大于 10mg/kg 时应控制在 2.5% 以内。