

UDC 556.12 : 543.06  
Z 10



# 中华人民共和国国家标准

GB 13580.11—92

---

## 大气降水中铵盐的测定

Determination of ammonium in the wet precipitation

1992-06-20 发布

1993-03-01 实施

---

国家环境保护局  
国家技术监督局

发布

# 大气降水中铵盐的测定

Determination of ammonium in the wet precipitation

## 1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定大气降水中铵盐的纳氏试剂光度法和次氯酸钠-水杨酸光度法。
- 1.2 本标准适用于大气降水样品中铵盐的测定。
- 1.3 本标准分两篇：第一篇纳氏试剂光度法，第二篇次氯酸钠-水杨酸光度法。  
纳氏试剂光度法最低检出浓度为0.05 mg/L，测定范围为0.06~1.5 mg/L。  
次氯酸钠-水杨酸光度法最低检出浓度为0.01 mg/L，测定范围为0.02~1.2 mg/L。

## 2 引用标准

GB 13580.2 大气降水样品的收集与保存

### 第一篇 纳氏试剂光度法

## 3 原理

在碱性溶液中，铵离子同纳氏试剂反应生成黄色络合物，颜色深度与铵离子含量成正比。在强碱中 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 等离子会析出氢氧化物沉淀，干扰测定，用少量酒石酸钾钠可以掩蔽。

## 4 试剂

所有试剂均用无氨水配制。无氨水的制备：

- a. 蒸馏法：每升水中加0.1 mL 硫酸，进行蒸馏，接收馏出液于玻璃容器中。
  - b. 离子交换法：将蒸馏水通过混合型离子交换纯水器来制备大量的无氨水。
- 4.1 铵标准贮备液：1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确称取0.743 1 g 氯化铵(105℃烘2 h)溶于水中，稀释到250 mL。
  - 4.2 铵标准使用液：10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确吸取铵离子标准贮备液5.00 mL 于500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
  - 4.3 氢氧化钾溶液：称取氢氧化钾30 g 溶解在60 mL 热水中，冷却后待用。
  - 4.4 纳氏试剂：称取5.0 g 氯化汞( $\text{HgCl}_2$ )溶于20 mL 热水中，然后将氯化汞溶液分数次缓慢加入碘化钾溶液中，不断搅拌，至有珠红色沉淀出现为止。待冷却后，加入氢氧化钾溶液(4.3)，充分冷却后，加水稀释到200 mL。再加入0.5 g 氯化汞，静置一天。取上清液贮于棕色瓶中，备用。  
注意：汞盐剧毒，使用过程中应小心，用后的比色管用稀硫酸清洗后，再用自来水和蒸馏水冲洗。比色管切勿在烘箱中烘干！因为未洗去的汞挥发到空气中，会引起中毒！废液应集中收集进行，不可倒入水槽。
  - 4.5 酒石酸钾钠溶液：称取50 g 酒石酸钾钠( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中，加热煮沸以驱除氨，待冷却后稀释到100 mL。