

ICS 27.060.01
J 98
备案号: 53913-2016

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1494 — 2016

燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定 离子色谱法

Determination of ammonia content in fly ash of coal-fired power plant—
Ion chromatography method

2016-01-07 发布

2016-06-01 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 术语和定义	1
4 方法概述	1
5 试剂和材料	1
6 仪器与设备	2
7 样品来源与预处理	2
8 试验步骤	2
9 结果计算	3
10 精密度	3
附录 A（资料性附录） 色谱工作条件	4
附录 B（资料性附录） 实际水样测试条件示例	5

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。

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：国网浙江省电力公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：钱洲亥、吴芳芳、周飞梅、曹志勇、汤治、金东春、明菊兰、祝邴伟。

本标准 2016 年 1 月 7 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（北京市白广路二条一号，100761）。

燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定方法。

本标准适用于燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对本文件是必不可少的。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 212—2008 煤的工业分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水的规格和试验方法

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15454 工业循环冷却水中钠、铵、钾、镁和钙离子的测定 离子色谱法

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—2012 火电厂环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

氨含量 ammonia content

飞灰中以铵离子及其他形式存在的氨，以 NH_3 计。

4 方法概述

称取一定量飞灰，加入盐酸溶液混合后，常温下振荡或搅拌 1h，静置，取上层清液，过滤后用离子色谱检测铵离子。根据飞灰量和测得的铵离子浓度计算样品中的氨含量。

5 试剂和材料

5.1 水：符合 GB/T 6682 中一级水的技术要求。

5.2 盐酸： $\rho=1.19\text{g/mL}$ 。

5.3 盐酸溶液（ 0.05mol/L ）：量取 4.5mL 盐酸（5.2）于 1000mL 水中。

5.4 铵离子标准溶液。

5.4.1 铵离子标准储备溶液： 1000mg/L 。

准确称取经 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 2h 的优级纯 NH_4Cl 2.965 4g，溶于适量水后以 1000mL 容量瓶定容，用聚丙烯或高密度聚乙烯瓶贮存。该溶液可在避光、 4°C 下存放一个月。也可直接购买有证标准溶液。

5.4.2 铵离子标准工作溶液： 10mg/L 。

吸取 5.00mL 氨标准储备溶液（5.4.1）于 500mL 容量瓶中，稀释至刻度。用前配制。

6 仪器与设备

6.1 离子色谱仪

6.1.1 淋洗液泵：泵接触流动相的部件不应分析柱造成污染，应为非金属材料。

6.1.2 分析柱：对铵离子应达基线分离。

6.1.3 抑制器：电解自动再生微膜抑制器或其他抑制器。

6.1.4 电导检测器：可以进行温度补偿或自动调整量程。

6.1.5 样品定量环：可根据实际需要选用。

6.1.6 数据处理系统：色谱工作站，用于数据的记录、处理、存储等。

6.2 容量瓶：聚丙烯材质，各种规格。

6.3 样品瓶：聚丙烯或高密度聚乙烯材质，各种规格。

6.4 0.45 μ m 一次性针筒过滤器（水相）。

6.5 酸度计或离子浓度计：pH 值测量范围 0~14，准确度优于 0.1pH。

6.6 振荡仪或搅拌装置：振荡仪振荡频率为 150c/m，偏差不宜大于 10c/m；搅拌器转速为 1500r/m，偏差不宜大于 100r/m。

6.7 天平：感量 0.1mg。

7 样品来源与预处理

7.1 样品的采集与保存

烟道气飞灰的采集应按照 DL/T 414—2012 中 5.3.1 或 GB/T 16157 规定采集样品；采集其他样品时，应根据相关目的注意样品的代表性。采集后的样品应用自封袋密封保存，并应在 7 日内测定。

7.2 样品含水率测定

按照 GB/T 212—2008 中 3.2 方法 B（空气干燥法）测量样品的含水率 w 。

7.3 样品预处理

用差减称量法称取约 2.000g（精确至 0.1mg）飞灰样品于干燥、具塞的 250ml 三角锥形瓶中，准确加入盐酸溶液（5.3）100mL，加塞后常温下采用振荡仪振荡或搅拌装置（6.6）搅拌 1h，静置，待上层液澄清。

8 试验步骤

8.1 仪器的准备

按照离子色谱使用说明书的要求接通电源及气源，调试仪器处于最佳工作状态。选择合适的分离柱（钠离子和铵离子分离效果好的色谱柱）、抑制器及相应的色谱条件，系统平衡至基线平稳，参见附录 A。

8.2 标准溶液的配制

根据实际需要移取铵离子标准工作溶液（5.4.2），分别注入五个 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。同时应用水做空白溶液，标准工作溶液中铵离子的浓度通常为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0mg/L，参见附录 B。此溶液应现用现配。

8.3 工作曲线

分析空白溶液、标准工作溶液，以铵离子浓度为横坐标，以峰高或峰面积为纵坐标，得出标准工作曲线。铵离子应采用非线性回归方式，相关系数应大于 0.995。

8.4 样品分析

8.4.1 用 0.45μm 一次性针筒过滤器过滤，弃去初期的 2mL~4mL 滤出液。

8.4.2 在与分析标准工作溶液相同的测试条件下，对处理好的试样溶液进行两次平行测定，根据相应的标准工作曲线确定铵离子浓度 (mg/L)。

8.5 干扰及消除

8.5.1 在采样、存储和分析环节中按规范操作，以减少误差。

8.5.2 当样品中某种离子浓度过高时，稀释样品后测定。

9 结果计算

按式 (1) 计算收到状态下样品的氨含量，按式 (2) 计算干燥状态下样品的氨含量。

$$C_{\text{ar}} = \frac{C_0 \times V}{m} \times 0.944 \quad (1)$$

$$C_{\text{ad}} = \frac{C_0 \times V}{m \times (1 - w)} \times 0.944 \quad (2)$$

式中：

C_{ar} ——样品收到状态氨含量，mg/kg；

C_{ad} ——样品干燥状态氨含量，mg/kg；

C_0 ——样品溶液的铵含量，mg/L；

V ——样品溶液的体积，mL；

m ——样品的质量，g；

w ——样品含水量，%；

0.944——样品中铵离子含量转化为氨含量的系数。

计算结果按照 GB/T 8170 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。

10 精密度

测定结果的精密度如表 1 所示。

表 1 结果的精密度

样品氨含量 mg/kg	重复性方差 S_r mg/kg	再现性方差 S_R mg/kg
9.99	0.42	0.49
33.12	0.50	0.50
128.95	0.43	0.51

附 录 A
(资料性附录)
色 谱 工 作 条 件

色谱工作条件见表 A.1。

表 A.1 色 谱 工 作 条 件

色谱条件类型	色谱条件 A	色谱条件 B
分析柱	IonPac CG12A, CS12A, 4mm	IonPac CG16, CS16, 4mm
淋洗液	20mmol/L 甲磺酸	48mmol/L 甲磺酸
淋洗液来源	甲磺酸淋洗液发生器	甲磺酸淋洗液发生器
抑制器	CSRS 300 4mm, 自循环模式	CERS 500 4mm, 自循环模式
柱箱温度	30℃	30℃
淋洗液流速	1.0mL/min	1.0mL/min
进样量	25μL	25μL
图示	见图 A.1	见图 A.2

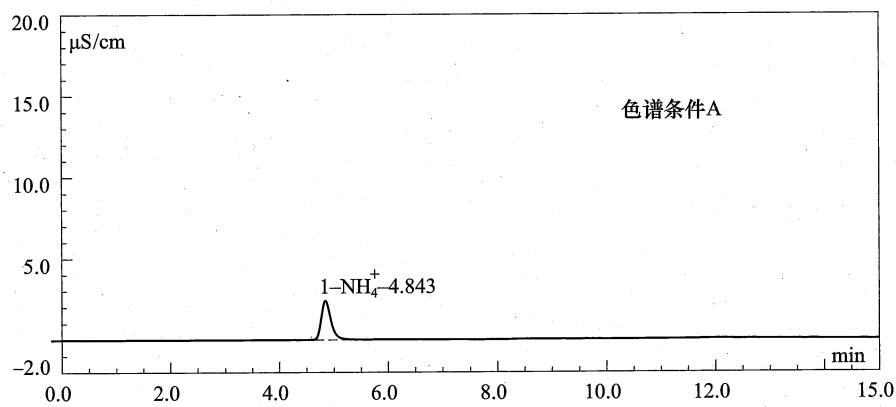


图 A.1 NH₄⁺ 标准溶液色谱条件 A 分离图

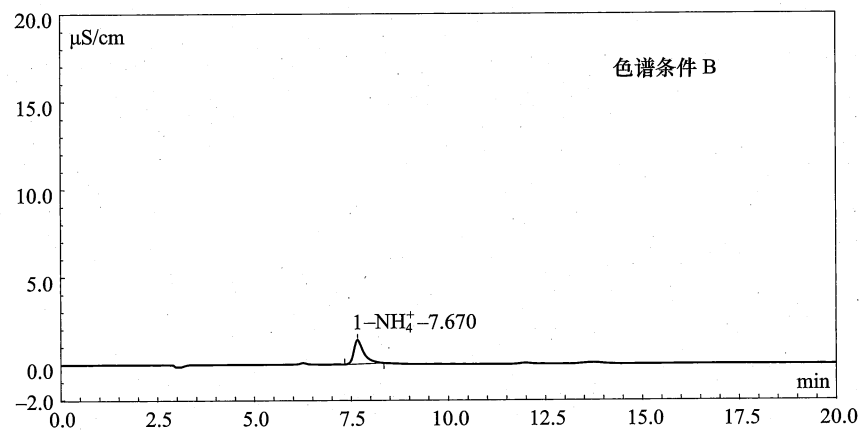


图 A.2 NH₄⁺ 标准溶液色谱条件 B 分离图

附录 B
(资料性附录)
实际水样测试条件示例

标准工作溶液系列见表 B.1。

表 B.1 标准工作溶液系列

项目	标准工作溶液系列浓度水平 mg/L					回归方式
	1	2	3	4	5	
铵离子	0.1	0.5	1	2	4	二次回归

测试结果见图 B.1、图 B.2。

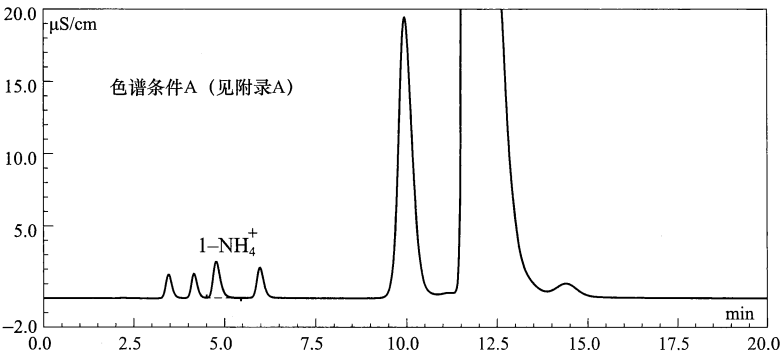


图 B.1 色谱条件 A 下实际溶液色谱分离图

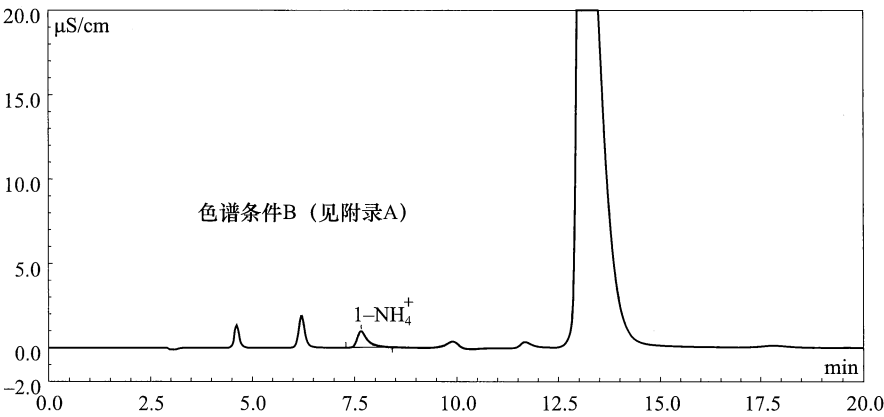


图 B.2 色谱条件 B 下实际溶液色谱分离图

DL/T 1494-2016

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
燃煤锅炉飞灰中氨含量的测定
离 子 色 谱 法
DL/T 1494 — 2016

*

中国电力出版社出版、发行
(北京市东城区北京站西街19号 100005 <http://www.cepp.sgcc.com.cn>)
北京九天众诚印刷有限公司印刷

*

2016年7月第一版 2016年7月北京第一次印刷
880毫米×1230毫米 16开本 0.5印张 12千字
印数 0001—1000册

*

统一书号 155123·3048 定价 9.00元

敬告读者

本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

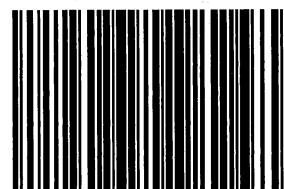
版 权 专 有 翻 印 必 究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



155123.3048