



# 排放管道中氨氣之檢測方法－靛酚法

中華民國94年11月30日環署檢字第0940097070號公告  
自公告日起實施  
NIEA A408.71A



## 一、方法概要

氣體試樣中之氨氣經吸收液吸收後，加入酚－亞硝鹽鐵氰化鈉溶液 { Phenolsodiumnitroprusside,  $C_6H_5OH-Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2H_2O$  } 及次氯酸鈉溶液，使其與銨根反應生成靛酚藍(Indophenolblue)於波長 640 nm 比色，定量氨氣濃度。

## 二、適用範圍

本方法適用於採氣量為 20 L，而排放管道中濃度在 1 ppm 以上之氨氣檢測。

## 三、干擾

下列物質在所述濃度下會造成分析干擾

- (一) 硫化氫：排氣中濃度超過氨濃度者。
- (二) 胺類及二氧化硫：排氣中濃度在氨濃度之 10 倍以上。
- (三) 二氧化氮：排氣中濃度在氨濃度之 100 倍以上。

## 四、設備

- (一) 氣體試樣吸收瓶及採樣裝置：如圖一。所示。
- (二) 氨氣置換裝置：如圖二。所示。
- (三) 分光光度計：波長可設定於 640 nm。
- (四) 天平：可精秤至 0.1 mg。

## 五、試劑

- (一) 試劑水：本法所用之試劑水均為去氨蒸餾水。
- (二) 吸收液 A (硼酸溶液 0.5%，w/v)：秤取 5g 硼酸( $H_3BO_3$ )溶於 1000 mL 試劑水中。
- (三) 吸收液 B (過氧化氫溶液，3%)：量取 30% 過氧化氫溶液 50 mL，溶於試劑水，並稀釋至 500 mL。存入褐色瓶中，並於暗處冷藏。
- (四) 氫氧化鈉溶液 50%，w/v：秤取 50g 氫氧化鈉溶於試劑水中，並稀釋至 100 mL (使用時配製)。
- (五) 酚－亞硝鹽鐵氰化鈉溶液：秤取 5 g 酚(Phenol)與 25 mg 亞硝鹽鐵氰化鈉( $Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2H_2O$ )溶於 500 mL 試劑水中。此溶液貯於褐色瓶，並存放於冷暗處，貯存期限為一個月。

- (六) 澱粉指示液：秤取 0.4g 可溶性澱粉，加入少量試劑水調成均勻糊狀，將此糊狀物小心倒入 200 mL 沸水中，繼續煮沸至澄清，冷卻後置於有蓋之玻璃瓶。
- (七) 0.05N 硫代硫酸鈉溶液：秤取 13g 硫代硫酸鈉 5 水合物及 0.2g 無水碳酸鈉溶於試劑水中，並稀釋至 1L，放置一天後再行標定。標定：將碘酸鉀在 120 ~ 140°C 乾燥 2 小時，置於乾燥器中放冷後，秤取 0.3567g，以試劑水溶解，移至 200 mL 之量瓶，加試劑水稀釋至標線。取其 20 mL 移至附栓錐形瓶(300 mL)，加 2 g 碘化鉀及 5 mL 硫酸(1 + 5)，立即加栓緩慢搖動混合，於黑暗處放置 5 分鐘後，加試劑水 100 mL，以此硫代硫酸鈉溶液滴定所游離之碘。溶液之黃色變淡後，加澱粉溶液 1 mL 作為指示劑，繼續滴定至碘澱粉之藍色消失為止。另以同一條件進行空白試驗修正此硫代硫酸鈉溶液消耗量，然後依下式算出其對 0.05N 之濃度係數。

$$f = a \times \frac{b}{100} \times \frac{20}{200} \times \frac{1}{X \times 0.001783}$$

式中 f：0.05N 硫代硫酸鈉溶液之濃度係數

a：碘酸鉀秤取量(g)

b：碘酸鉀純度(%)

X：0.05N 硫代硫酸鈉溶液滴定消耗量(mL)

0.001783：0.05N 硫代硫酸鈉溶液 1 mL 之碘酸鉀相當量(g)

- (八) 次氯酸鈉溶液(Sodiumhypochloritesolution)：取次氯酸鈉水溶液(NaOCl 有效氯含量 3 ~ 10%) 60/NmL (N = 有效氯%)、磷酸氫二鈉(Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) 35.8g 及氫氧化鈉 10g 溶於試劑水中，並稀釋至 1L。此溶液須於使用時配製之，並需每次標定有效氯含量。標定方法為取 V mL (通常是 10 mL) 的次氯酸鈉溶液，置於 200 mL 之定量瓶，加試劑水稀釋至標線，再取 10 mL 的上述溶液至 300 mL 的有栓錐形瓶中，加試劑水使之接近 100 mL，加 1 ~ 2 g 碘化鉀和 6 mL 醋酸(1 + 1)，立刻加蓋振搖充分混合後，於黑暗處靜置 5 分鐘，再以 0.05N 硫代硫酸鈉溶液滴定，當溶液顏色褪為極淡的黃色時，加 2 mL 澱粉指示劑，並繼續滴定至澱粉的藍色消失。另外，取 v mL 試劑水做空白試驗並依相同方法測出滴定值。

$$n = a \times f \times \frac{200}{10} \times \frac{1}{v} \times 0.001773 \times 100$$

式中 N：有效氯含量(%)

a：滴定所耗用 0.05N 硫代硫酸鈉溶液之體積(mL)

f：0.05N 硫代硫酸鈉溶液之濃度係數

v：次氯酸鈉溶液之體積(mL)

0.001773：與 0.05N 硫代硫酸鈉溶液相當之氯的重量(g)

- (九) 氨儲備溶液：精確秤取經 130°C 烘乾後之硫酸銨 0.295g 溶於試劑水，並稀釋至 1000 mL。(註)

註：硫酸銨可以經 105°C 烘乾後之氯化銨 0.239g 代替之。

- (十) 氨標準溶液：精取氨儲備溶液 5.0 mL 置於 500 mL 量瓶，使用吸收液 A 稀釋至標線。此標準溶液 1 mL 之當量等於 0.001 mL NH<sub>3</sub> (0°C, 760 mmHg)

## 六、採樣與保存

### (一) 採集試樣氣體

1. 連結氣體採集裝置，如圖一所示。
2. 採集管及導管宜使用不受排氣中之氨及共存成分侵蝕之材料，如玻璃管、不銹鋼管、石英管、鐵氟龍管等。
3. 為防止排氣中之塵埃混入，須於採樣管之適當位置裝配過濾材料(如玻璃綿)。

- 4.若有水分可能凝縮於配管內，採樣管至吸收瓶間之管路均須加熱至 120°C 以上。
- 5.加熱部分之配管連結，須使用磨砂玻璃接頭或矽質橡膠管。
- 6.在通氣洗瓶(如圖一中的 N)，各裝入 50 mL 過氧化氫水溶液(1 + 9)。
- 7.酸性化合物，例如 HCl、SO<sub>x</sub>、NO<sub>x</sub> 等會影響採樣後之測定結果，故需進行氨之分離(如圖二)，視酸氣有無進行下列採樣步驟：

(1)無酸性排氣

- a.準備 2 個吸收瓶，各裝入 50 mL 吸收液 A。
- b.連接採氣裝置如圖一。
- c.將三通活栓轉至旁路(bypass)，並調整抽氣流率為 1 ~ 2L /min。
- d.採樣開始前，進行測漏後才準備開始採氣。
- e.手握三通活栓，眼觀流量計，於打開活栓的同時讀取流量計之數值，並記錄之。
- f.記錄大氣壓力、氣體溫度及流量計錶壓。
- g.採集量視排氣中含氨濃度適當增減。
- h.採樣結束後關掉三通活栓，並同時讀取流量計之數值，記錄之。

(2)酸性排氣

- a.準備 2 個吸收瓶，各裝入 50 mL 吸收液 B。
- b.依六、(一)、7.、(1)、a. ~ h. 步驟操作。

(二) 樣品保存

採氣後之吸收液移置 PE 瓶，以吸收液 A 或 B 洗吸收瓶洗液併入 PE 瓶，冷藏在 5°C 以下，儘速送回實驗室分析。

## 七、步驟

(一) 分析用檢液之配製

- 1.無酸性排氣干擾時將 PE 瓶內吸收液移置 250 mL 量瓶，以吸收液 A 清洗 PE 瓶，洗液併入量瓶，最後定量至標線，此即分析用檢液。
- 2.有酸性排氣干擾時
  - (1)組裝如圖二 吸收液中氨之分離裝置。
  - (2)將 PE 瓶內吸收液移置如圖二之 B 瓶。
  - (3)通入空氣利用除氨洗瓶，如圖二之 A 瓶，抽氣流率約 2L /min 去除空氣中氨氣，同時利用三通活栓加入 8N NaOH 溶液 5 mL，以調整圖二 B 瓶中 pH 至 13 以上，使氨試樣氣體吸收至硼酸溶液中(如圖二 C 瓶)，轉換時間約 150 分鐘。
  - (4)採集試樣後之吸收瓶(如圖二 C 瓶)，將其內容液移至 250 mL 量瓶內，以吸收液 A 洗淨吸收瓶，洗液一併移入量瓶，又以吸收液 A 稀釋至標線，此即分析用檢液。

(二) 檢量線之製作

- 1.分別精取 2.0、4.0、6.0、8.0、及 10.0 mL 氨標準溶液置於附栓試管中，並以吸收液 A 定量至 10.0 mL。
- 2.分別加入 5 mL 酚一亞硝醯鐵氰化鈉溶液，充分振搖後，分別加入 5 mL 次氯酸鈉溶液，栓緊，小心地倒轉混合均勻。
- 3.保溫在 25 ~ 30°C 下，放置 60 分鐘。

4.量取吸收液 10.0 mL，依七、(二)、2. ~ 3. 之步驟操作後即為對照液，於 640nm 測定吸光度，繪製氨之標準檢量線。

### (三) 分析操作步驟

- 1.分取分析用檢液適當體積，置於有栓試管中。
- 2.依七、(二)、2. ~ 3. 之步驟操作，讀取波長 640 nm 時之吸光度，由檢量線求出氨氣之含量。

### (四) 空白試驗

精取 10.0 mL 吸收液，依七、(二) 2. ~ 3. 之步驟作空白試驗。

## 八、結果處理

依下式可計算出標準狀況時( 0°C ， 760 mmHg ) 試樣氣體中氨之濃度。

$$C = \frac{A \times 250 / V}{X \times \frac{P_a + P_m - P_v}{760} \times \frac{273}{273 + t}} \times 1000$$

$$C' = C \times \frac{17}{22.4}$$

- C : 氨之濃度( ppm )  
 C' : 氨之濃度( mg/Nm<sup>3</sup> )  
 A : 由檢量線求得之氨含量( mL )  
 V : 檢液分取量( mL )  
 X : 氣體採樣量( L )  
 P<sub>a</sub> : 大氣壓( mmHg )  
 P<sub>m</sub> : 氣體流量計所顯示之錶壓( mmHg )  
 P<sub>v</sub> : 氣體溫度 t°C 時之飽和水蒸氣壓( mmHg )  
 t : 氣體流量計所顯示氣體之溫度( °C )

## 九、品質管制

- (一) PH 值對氨回收率有影響，故如圖二 B 瓶之 PH 應維持在 13 以上。
- (二) 檢量線：檢量線之相關係數應大於或等於 0.995 。
- (三) 空白分析：每 10 個或每一批次之樣品至少執行一個樣品空白分析，空白分析值應小於方法偵測極限之二倍。
- (四) 查核樣品分析：每 10 個或每一批次之樣品至少執行一個查核樣品分析，並求其回收率。回收率應涵括於 85 ~ 115 % 範圍內。

## 十、精密度及準確度

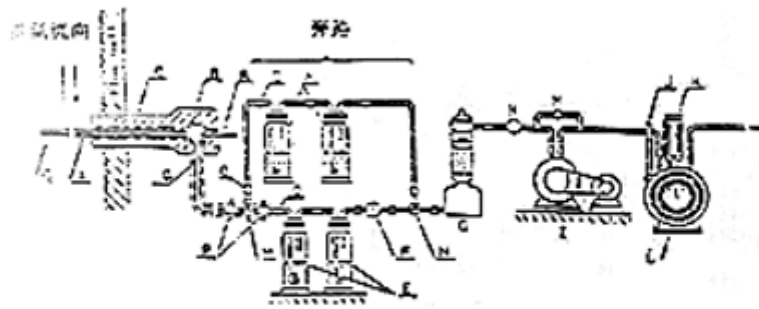
某單一實驗室以本方法進行精密度與準確度之測定，所得結果如下表所示(僅供參考)：

品管項目	樣品濃度 ( $\mu\text{L NH}_3/\text{mL}$ )	添加濃度 ( $\mu\text{g NH}_3/\text{mL}$ )	相對差異百分比 $\pm$ 標準偏差 (%)	回收率 $\pm$ 標準偏差 (%)	分析次數
重複分析	50.5*	—	$3.0\pm 2.6$	—	66
添加標準品	50.5*	5.0	—	$97.6\pm 4.6$	28
查核樣品	0.8	—	—	$100.0\pm 4.5$	21

\*：此樣品濃度單位為 ppm 資料來源：環保署檢驗所八十一年氨檢測能力養成計畫報告。

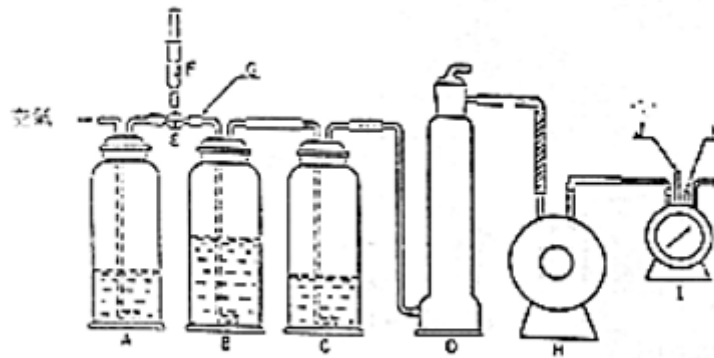
## 十一、參考資料

- (一) 日本規格協定，1983，JISK0099，排氣中氨之分析方法。
- (二) 工業技術研究院化學工業研究所，1993，固定污染源空氣污染物標準檢驗方法之研究及建議(一)，EPA-81-E3S 1-09-01。
- (三) 1982, 中華民國國家標準 CNS9186K9099, 排氣中氨之檢驗法。



- |                              |                   |
|------------------------------|-------------------|
| A：採樣管（長1000~2000mm）          | J：溫度計             |
| B：接頭                         | K：壓力計             |
| C：過濾材質（如玻璃棉）                 | L：渦式氣體流量計（每四轉 1L） |
| D：絕緣物質                       | M：三通活栓            |
| E：吸收瓶附有過濾紙<br>（內容量150~250mL） | N：通氣洗瓶（附E）        |
| F：玻璃過濾器                      | O：砂樣膠管            |
| G：氣體乾燥塔（內裝有砂膠顆粒）             | P：球面球合            |
| H：流量調節活栓                     | Q：加熱器             |
| I：真空泵（0.5~5 L/min）           | R：溫度計             |

圖一 煙道排氣中氨氣之採樣裝置



- A : 除氨之洗瓶 (內裝 2 N 硫酸溶液 50 mL )  
 B : 吸收瓶 (抽樣後之溶液約 120 mL )  
 C : 氨吸收瓶 (硼酸溶液 (0.5 % , w/v) 50 mL )  
 D : 乾燥塔 (矽膠顆粒)  
 E : 四氟乙烯之三通活栓  
 F : 塑膠注射器 (氫氧化鈉溶液 (8 N) 5 mL )  
 G : 矽橡膠管  
 H : 抽氣機  
 I : 濕式氣體流量計  
 J : 溫度計  
 K : 壓力計

圖二 吸收液中氨氣之分離裝置