

中华人民共和国城镇建设行业标准

生活垃圾渗沥水 氨态氮的测定 蒸馏和滴定法

Leachate—Determination of ammoniacal
nitrogen—Distillation and
titration method

CJ/T 3018.6—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用蒸馏和酸碱滴定的方法测定渗沥水中的氨态氮。

本标准适用于从生活垃圾中渗出来的液体。

本标准测定试料氨态氮浓度的适用范围为30~7000mg/L（以N计）。

挥发性碱性化合物，如胍和胺类等，会同氨一起馏出，并在滴定时与酸反应而使测定结果偏高。

2 引用标准

GB 7478 水质 铵的测定 蒸馏和滴定法

3 术语

渗沥水中的氨态氮是指既以游离氨形式也以铵离子形式存在的氮。

4 原理

用pH为7.4的磷酸盐缓冲溶液，使试料处于微碱性状态，经加热蒸馏，将随水汽逸出的氨被硼酸溶液吸收，以甲基红-亚甲蓝混合液作指示剂，用标准酸滴定馏出液中的铵。

5 试剂

本标准所用试剂，除另有说明外，均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，均使用按5.1所述制备的无氨水。

5.1 无氨水

在1000mL蒸馏水中，加0.1mL硫酸（ H_2SO_4 ， $\rho=1.84\text{g/mL}$ ）在全玻璃蒸馏器中重蒸馏，弃去前50mL馏出液，然后收集余下的馏出液约800mL于带有磨口塞的玻璃瓶内，

中华人民共和国建设部 1993-05-03 批准

1993-09-01 实施

密塞保存。

5.2 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)，基准试剂。

5.3 磷酸盐缓冲溶液

将14.3g无水磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 和90.2g三水合磷酸氢二钾 ($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中，稀释至1000mL。并用pH计测定其pH值，必要时加 KH_2PO_4 或 $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 调至pH7.4。

5.4 甲基红-亚甲蓝混合指示剂

将200mg甲基红 (Methyl Red) 和100mg亚甲蓝 (Methylene Blue) 分别溶于100mL和50mL的95% (V/V) 乙醇中，再把两者混在一起即成，有效期一个月。

也可用甲基红-溴甲酚绿混合指示剂 (见附录A)。

5.5 硼酸-指示剂溶液

将20g硼酸 (H_3BO_3) 溶于温水，冷至室温，加入4mL甲基红-亚甲蓝混合指示剂(5.4)，并稀释至1000mL，一个月内有有效。

5.6 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=0.2\text{mol/L}$

吸取16.7mL盐酸 (HCl , $\rho=1.18\text{g/mL}$) 于水中，稀释至1000mL。

5.7 盐酸标准滴定溶液， $c(\text{HCl})=0.02\text{mol/L}$

吸取100mL 0.2mol/L盐酸(5.6)于水中，并稀释至1000mL。然后用无水碳酸钠标定。

标定：称取无水碳酸钠 (5.2) 约30mg (须在250℃烘干4h；或在285℃干燥1h) 于500mL锥形烧瓶中，加200mL冷却的煮沸蒸馏水，溶解后加入50mL硼酸-指示剂溶液 (5.5)，用盐酸标准滴定溶液 (5.7) 滴定至溶液颜色由绿色转变到紫色为终点。计算盐酸标准滴定溶液的浓度 (须用双份试料取平均值，其相对偏差应小于1%)：

$$c = \frac{W \times 2 \times 1000}{106 \times V} = \frac{W}{0.053 \times V}$$

式中 c ——盐酸标准滴定溶液浓度，mol/L；

W ——称取的无水碳酸钠质量，g；

V ——盐酸标准滴定溶液所消耗的体积，mL；

2——中和1mol Na_2CO_3 所需HCl的摩尔数；

106——碳酸钠 (Na_2CO_3) 的摩尔质量，g/mol。

也可用硫酸 (H_2SO_4) 标准滴定溶液 (见附录A)。

6 仪器、设备

实验室常用分析仪器及：

6.1 蒸馏装置

由500~800mL凯氏烧瓶、定氮球和垂直放置的长为300~400mm蛇形冷凝管组装而成。冷凝管末端要连接一适当长度的导管，使导管出口尖端浸入吸收液液面以下。

6.2 锥形烧瓶：500mL。

6.3 酸式滴定管：50mL，分度至0.1mL。

6.4 酸度计。

7 样品

供氨态氮测定的渗沥水实验室样品量约需100mL, 收集在具塞聚乙烯或玻璃瓶内。采样后要尽快测定, 否则滴加硫酸 (H_2SO_4 , $\rho=1.84\text{g/mL}$) 酸化, 使其 $\text{pH}<2$, 并在温度为 $2\sim 5^\circ\text{C}$ 贮存, 最长保存时间为24h, 还应注意防止酸化样品吸收空气中的氨而被污染。

8 步骤

8.1 蒸馏器清洗

向凯氏烧瓶中加入350mL水, 10mL磷酸盐缓冲溶液, 再加几粒玻璃珠。装好仪器, 加热蒸馏, 用20mL硼酸-指示剂溶液吸收, 直蒸馏到馏出液中不含氨为止, 冷却, 将馏出液及瓶内残留液弃去, 留下玻璃珠。

8.2 测定

8.2.1 量取50mL硼酸-指示剂溶液 (5.5) 于锥形烧瓶 (6.2) 内, 置于冷凝管出口下, 并确保蒸馏液导管出口尖端深入硼酸吸收液液面以下2cm。

8.2.2 用移液管吸取渗沥水实验室样品 (其吸取量应使试料滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积约为25mL) 于凯氏烧瓶中, 用水稀释至总体积约为350mL, 再加入10mL磷酸盐缓冲溶液, 并立即将烧瓶与冷凝管连接好。

8.2.3 加热凯氏烧瓶, 使蒸馏速度控制在 $6\sim 8\text{mL/min}$, 当馏出液收集到总体积约300mL时, 要准备停止蒸馏。在蒸馏停止前 $1\sim 2\text{min}$, 把锥形接收烧瓶放低, 使蒸馏液导管尖端脱离硼酸吸收液液面, 并再蒸馏1min后停止加热。

8.2.4 用盐酸标准滴定溶液 (5.7) 滴定馏出液, 溶液由绿色转变到紫色为终点。记录酸用量。

8.3 空白试验

按8.2操作步骤进行空白试验, 但用水代替试料。

9 结果的表述

氨态氮含量按式 (2) 计算:

$$\text{NH}_3\text{-N}(\text{N}, \text{mg/L}) = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14.01 \times 1000$$

式中 V_1 ——试料滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液体积, mL;

V_2 ——空白试验滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液体积, mL;

V_0 ——渗沥水试料的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

14.01——氮 (N) 的摩尔质量, g/mol。

10 精密度与准确度

10.1 对氨态氮含量为40~600mg/L的渗沥水样品,经5批平行双样测定的相对偏差小于3.6%。

10.2 用氯化铵配成氨态氮浓度为1000.8mg/L的标准溶液,经5次测定,相对标准偏差为2.3%,回收率93.9%~99.8%。

10.3 分析含262mg/L氨态氮的渗沥水加标样品,经4次测定,相对标准偏差为3.5%,加标回收率为95%~103%。

11 本标准未作规定的按GB7478执行。

附录 A

硫酸标准滴定溶液及甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

(参 考 件)

A1 硫酸标准滴定溶液

A1.1 硫酸溶液, $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$

取3.0mL硫酸(H_2SO_4 , $\rho=1.84\text{g/mL}$)加入到400mL水中,并稀释到1000mL。

A1.2 硫酸标准滴定溶液, $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.02\text{mol/L}$

取200mL0.1mol/L硫酸(A1.1),用水稀释至1000mL。再用无水碳酸钠(Na_2CO_3)基准试剂标定。

A2 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

称取100mg甲基红(Methyl Red)和500mg溴甲酚绿(Bromocresol Green),放在小研钵中,加几滴乙醇润湿,研磨混匀,然后溶解在100mL95%(V/V)乙醇中。

在用标准酸滴定硼滴-指示剂溶液吸收的馏出液时,溶液颜色由蓝绿色转变成粉红色即为终点。

附加说明:

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部城镇环境卫生技术标准归口单位上海市环境卫生管理局归口。

本标准由上海市环境卫生设计研究所负责起草。

本标准主要起草人庄启化、黄庆玲。

本标准委托上海市环境卫生设计研究所负责解释。