

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 总氮的测定 蒸馏后滴定法

CJ/T 77—1999

Municipal sewage—Determination of total nitrogen
—Distillation and titration method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用蒸馏后滴定法测定城市污水中的总氮。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中总氮的测定。

本方法的最低检出浓度为总氮 0.2 mg/L。

当硝酸盐和亚硝酸盐氮含量为 10 mg/L 时回收率为 69%~83%，大于 10 mg/L 时，本方法误差较大，可改用分别测定凯氏氮，硝酸盐氮和亚硝酸盐氮，计算总氮。

总氮浓度较低时，可取蒸馏液作纳氏比色法测定。

2 方法原理

总氮包括有机氮、氨氮、亚硝酸盐氮和硝酸盐氮。样品中的硝酸盐和亚硝酸盐氮用锌-硫酸还原成硫酸铵；有机氮以硫酸铜作催化剂经硫酸消解后，转变成硫酸铵。在碱性条件下蒸馏释放出氨，吸收于硼酸溶液中，最后用标准硫酸溶液滴定。

3 试剂和材料

均使用分析纯试剂及无氨蒸馏水。

3.1 无氨蒸馏水

每升蒸馏水中加 0.1 mL 浓硫酸进行重蒸馏。或用离子交换法，蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂（氢型）柱来制取。无氨水贮存在带有磨口玻璃塞的玻璃瓶内，每升中加 10 g 强酸性阳离子交换树脂（氢型）以利保存。

3.2 锌粉。

3.3 锌粒。

3.4 硫酸 (H_2SO_4 , $\rho=1.84$ g/mL)；

3.5 硫酸铜—硫酸钠混合溶液

称取 4 g 硫酸铜 ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 及 20 g 硫酸钠 (Na_2SO_4)，溶于 100 mL 水中。

3.6 2% (m/V) 硼酸溶液

称取 20 g 硼酸 (H_3BO_3)，溶于 1 000 mL 水中。

3.7 50% (m/V) 氢氧化钠溶液。

称取 400 g 氢氧化钠 ($NaOH$) 溶于 800 mL 水中。

3.8 硫酸标准滴定液： $c(1/2H_2SO_4)=0.10$ mol/L。

稀释硫酸 (3.4)，用碳酸钠进行标定 (见附录 A)。

3.9 硫酸标准滴定液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.02\text{ mol/L}$ 。

将硫酸标准滴定液(3.8)稀释使用。

3.10 混合指示剂

称取 0.1 g 甲基红及 0.05 g 亚甲蓝,溶于 100 mL 酒精中。

4 仪器

4.1 500 mL 凯氏烧瓶和 500 W 电炉;

4.2 1 000 mL 全玻璃蒸馏器和 300 W 电炉(见图 1)。

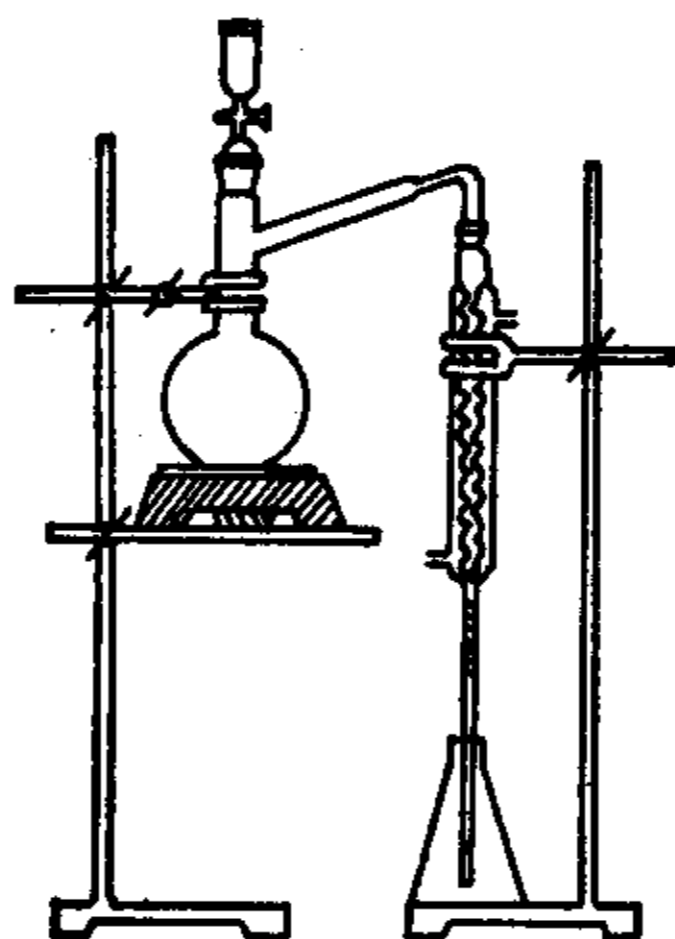


图 1 蒸馏装置

5 样品

样品在采集后应及时测定。如不能立即测定,应于每升样品中加入 1 mL 硫酸(3.4),4℃下贮存。

6 分析步骤

6.1 空白试验

用 100 mL 水,按第 6.3~6.4 操作。

6.2 试料体积的选择

如果已知样品中氮的大致含量,可按下表选择试料体积

总氮浓度 c_N (mg/L)	试料体积 (mL)	总氮浓度 c_N (mg/L)	试料体积 (mL)
<10	250	20~50	50
10~20	100	50~100	25

6.3 量取试料于 500 mL 凯氏烧瓶内,若试料不足 100 mL,用水稀释至 100 mL,加 1 g 锌粉(3.2),5 mL 硫酸铜硫酸钠混合液(3.5)及 10 mL 浓硫酸(3.4),待锌粉反应完(约 10 min),加热消解至消解液透明呈蓝绿色,继续消解 20~30 min。待消解液冷却后,将其转移至蒸馏烧瓶中,加水使溶液体积为 200 mL 左右,另在 150 mL 锥形瓶中加入 50 mL 硼酸溶液(3.6),并滴加 2 滴混合指示剂(3.10),用来吸收馏出液,导液管插至吸收液面下。再往蒸馏瓶中投入 2 粒锌粒(3.3)立即通过分液漏斗加入 40 mL 氢氧化钠溶液(3.7)并用洗瓶吹洗分液漏斗,关闭活塞加热蒸馏。待吸收液变色后继续蒸 20~30 min。

6.4 用硫酸标准滴定液(3.9)或(3.8)滴定吸收液,滴到溶液由绿色刚转至紫色为止,紫色的深浅与滴定的空白作对照。