

中华人民共和国国家标准

GB 11891—89

水质 凯氏氮的测定

Water quality—Determination of
Kjeldahl nitrogen

本标准参照采用国际标准 ISO 5663—1984《水质——凯氏氮的测定——硒催化矿化法》。

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了以凯氏(Kjeldahl)法测定氮含量的方法。它包括了氨氮和在此条件下能被转化为铵盐的有机氮化合物。此类有机氮化合物主要是指蛋白质、脲、胍、氨基酸、核酸、尿素及其他合成的氮为负三价态的有机氮化合物。它不包括叠氮化合物、连氮、偶氮、胂、硝酸盐、亚硝基、硝基、亚硝酸盐、腈、脞和半卡巴腈类的含氮化合物。

1.2 适用范围

本标准适用于测定工业废水、湖泊、水库和其他受污染水体中的凯氏氮。

1.3 测定范围

凯氏氮含量较低时,分取较多试样,经消解和蒸馏,最后以光度法测定氮。含量较高时,分取较少试样,最后以酸滴定法测定氮。

1.4 最低检出浓度

试料体积为 50 mL 时,使用光程长度为 10 mm 比色皿,最低检出浓度为 0.2 mg/L。

2 原理

水中加入硫酸并加热消解,使有机物中的胺基氮转变为硫酸氢铵,游离氨和铵盐也转为硫酸氢铵。消解时加入适量硫酸钾提高沸腾温度,以增加消解速率,并以汞盐为催化剂,以缩短消解时间。

消解后液体,使成碱性并蒸馏出氨,吸收于硼酸溶液中,然后以滴定法或光度法测定氮含量。

汞盐在消解时形成汞铵络合物,因此,在碱性蒸馏时,应同时加入适量硫代硫酸钠,使络合物分解。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂。实验用水均为无氨水。

3.1 无氨水制备

3.1.1 离子交换法:将蒸馏水通过一个强酸性阳离子交换树脂(氢型)柱,流出液收集在带有磨口玻塞的玻璃瓶中,密塞保存。

3.1.2 蒸馏法:于 1 L 蒸馏水中,加入 0.1 mL 浓硫酸,并在全玻璃蒸馏器中重蒸馏,弃去 50 mL 初馏液,然后集取约 800 mL 馏出液于具磨口玻塞的玻璃瓶中,密塞保存。

3.2 硫酸, $\rho_{20} = 1.84$ g/mL。

3.3 硫酸钾(K_2SO_4)。

3.4 硫酸汞溶液:称取 2 g 红色氧化汞(HgO)或 2.74 g 硫酸汞($HgSO_4$),溶于 40 mL (1+5)硫酸溶液中。

3.5 硫代硫酸钠-氢氧化钠溶液:称取 500 g 氢氧化钠溶于水,另称取 25 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot$

国家环境保护局 1989-12-25 批准

1990-07-01 实施

5H₂O)溶于上述溶液中,稀释至1 L,贮于聚乙烯瓶中。

3.6 硼酸溶液:称取20 g 硼酸(H₃BO₃)溶于水,稀释至1 L。

3.7 硫酸标准溶液, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.02\text{ mol/L}$;分取11 mL(1+19)硫酸,用水稀释至1 L。按下述操作进行标定。

称取经180℃干燥2 h的基准试剂级碳酸钠(Na₂CO₃)约0.5 g(称准至0.0001 g),溶于新煮沸放冷的水中,移入500 mL容量瓶内,稀释至标线。

移取上述25.00 mL 碳酸钠溶液于150 mL锥形瓶中,加25 mL新煮沸放冷的水,加1滴甲基橙指示液(0.5 g/L),用硫酸标准溶液滴定至淡橙红色止,记录用量。

计算:

$$c = \frac{m \times 1000}{V \times 53} \times \frac{25}{250} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硫酸标准溶液浓度, mol/L;

m ——称取碳酸钠质量, g;

V ——硫酸标准溶液滴定消耗体积, mL;

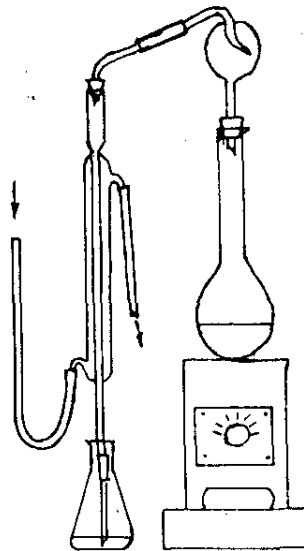
53——碳酸钠($\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$)摩尔质量。

3.8 甲基红-亚甲蓝混合指示液:称取200 mg 甲基红溶于100 mL 95%乙醇。称取100 mg 亚甲蓝溶于50 mL 95%乙醇。以两份甲基红溶液与一份亚甲蓝溶液混合后供用。每月配制。

4 仪器

4.1 凯氏定氮蒸馏装置

参见下图。



4.1.1 500 mL 凯氏瓶。

4.1.2 氮球。

4.1.3 直形冷凝管(300 mm)。

4.1.4 导管。

4.2 10 mL 酸式微量滴定管。

5 采样和样品贮存

实验室样品可贮于玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

如不能及时进行测定,应加入足够的硫酸(3.2),使 pH 小于 2,并在 4℃ 保存。

6 步骤

6.1 试料

分取 250 mL 试样,经消解、蒸馏后所得馏出液,取试料最大体积为 50.0 mL,可测定凯氏氮最低浓度为 0.2 mg/L(光度法)。分取 25.0 mL 试样,经消解、蒸馏后所得馏出液全部作为试料,可测定凯氏氮浓度高至 100 mg/L(酸滴定法)。

6.2 测定

6.2.1 试样体积的确定:按下表分取适量,移入凯氏瓶中。

| 水样中凯氏氮含量(mg/L) | 试样体积(mL) |
|----------------|----------|
| ~10 | 250 |
| 10~20 | 100 |
| 20~50 | 50.0 |
| 50~100 | 25.0 |

6.2.2 消解:加 10.0 mL 硫酸(3.2),2.0 mL 硫酸汞溶液(3.4),6.0 g 硫酸钾(3.3)和数粒玻璃珠于凯氏瓶中,混匀,置通风柜内加热煮沸,至冒三氧化硫白色烟雾并使液体变清(无色或淡黄色),调节热源使继续保持沸腾 30 min,放冷,加 250 mL 水,混匀。

6.2.3 蒸馏:将凯氏瓶斜置使成约 45°角,缓缓沿瓶颈加入 40 mL 硫代硫酸钠-氢氧化钠溶液(3.5),使在瓶底形成碱液层,迅速连接氮球和冷凝管,以 50 mL 硼酸溶液(3.6)为吸收液,导管管尖伸入吸收液液面下约 1.5 cm,摇动凯氏瓶使溶液充分混合,加热蒸馏,至收集馏出液达 200 mL 时,停止蒸馏。

6.2.4 氮的测定:加 2~3 滴甲基红-亚甲蓝指示液(3.8)于馏出液中,用硫酸标准溶液(3.7)滴定至溶液颜色由绿色至淡紫色为终点,记录用量。

6.3 空白试验

按 6.2 所述步骤进行空白试验,以与试样相同体积的水代替试样。

7 结果的表示

凯氏氮含量按式(2)计算:

$$G_N = (V_1 - V_0) \times C \times 14.01 \times \frac{1\ 000}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中: G_N —— 凯氏氮含量,mg/L;

V_1 —— 试样滴定所消耗的硫酸标准溶液体积,mL;

V_0 —— 空白试验滴定所消耗的硫酸标准溶液体积,mL;

V —— 试样体积,mL;

C —— 滴定用硫酸标准溶液浓度,mol/L;

14.01 —— 氮(N)的摩尔质量。

8 对特殊情况的说明

8.1 氨的测定除酸滴法外,亦可采用纳氏试剂比色法或水杨酸一次氯酸盐分光光度法。

馏出液移入 250 mL 容量瓶中,加水至标线,混匀后,分取适量(使氨氮含量不超过 0.1 mg)移入 50 mL 比色管中,滴加 1 mol/L 氢氧化钠溶液至 pH7~9,用水稀释至标线,以纳氏试剂比色法(见 GB 7479《水质 铵的测定 蒸馏和滴定法》)测定氨量。

如以水杨酸一次氯酸盐分光光度法(见 GB 7481《水质 铵的测定 水杨酸分光光度法》)测氨,则应以 50 mL 0.02 mol/L 硫酸标准溶液代替硼酸溶液为吸收液,其余操作步骤相同。

8.2 蒸馏后残液中,含硫化汞沉淀,应过滤分离后作妥善处理。

附加说明:

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由杭州市环境保护监测站负责起草。

本标准主要起草人沈叔平。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。