

水质 氨氮的测定 蒸馏-中和滴定法 (HJ 537-2009)

1 适用范围

本标准规定了测定水中氨氮的蒸馏-中和滴定法。

本标准适用于生活污水和工业废水中氨氮的测定。

当试样体积为250mL时,方法的检出限为0.2mg/L,测定下限为0.8mg/L(均以N计)。

2 方法原理

调节水样的pH值在6.0~7.4之间,加入轻质氧化镁使呈微碱性,蒸馏释出的氨用硼酸溶液吸收。以甲基红-亚甲蓝为指示剂,用盐酸标准溶液滴定馏出液中的氨氮(以N计)。

3 干扰及消除

在本标准规定的条件下可以蒸馏出来的能够与酸反应的物质均干扰测定。例如:尿素、挥发性胺和氯化样品中的氯胺等。

4 试剂和材料

除非另有说明,分析时所用试剂均使用符合国家标准和分析纯化学试剂,实验用水为按4.1制备的水,使用经过检定的容量器皿和量器。

4.1 无氨水,在无氨环境中用下述方法之一制备(无氨水的检查见10.1)。

4.1.1 离子交换法

蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂(氢型)柱,将流出液收集在带有磨口塞的玻璃瓶内。每升流出液加10g同样的树脂,以利于保存。

4.1.2 蒸馏法

在1000mL的蒸馏水中,加0.1mL硫酸(4.2),在全玻璃蒸馏器中重蒸馏,弃去前50mL馏出液,然后将约800mL馏出液收集在带有磨口塞的玻璃瓶内。每升馏出液加10g强酸性阳离子交换树脂(氢型)。

4.1.3 纯水器法

用市售纯水器直接制备。

4.2 硫酸, $(H_2SO_4)=1.84g/mL$ 。

4.3 盐酸, $=1.19g/mL$ 。

4.4 无水乙醇, $=0.79g/mL$ 。

4.5 无水碳酸钠(Na_2CO_3),基准试剂。

4.6 轻质氧化镁(MgO),不含碳酸盐。

在500℃下加热,以除去碳酸盐。

4.7 氢氧化钠溶液, $c(NaOH)=1mol/L$ 。

将20g氢氧化钠 (NaOH) 溶于约200mL水中, 冷至室温, 稀释至500mL。

4.8硫酸溶液, $c(1/2H_2SO_4)=1\text{mol/L}$ 。

量取2.7mL硫酸 (4.2) 缓慢加入100mL水中。

4.9硼酸 (H_3BO_3) 吸收液, $\rho=20\text{g/L}$ 。

称取20g硼酸溶于水, 稀释至1000mL。

4.10甲基红指示液, $\rho=0.5\text{g/L}$ 。

称取50mg甲基红溶于100mL乙醇 (4.4) 中。

4.11溴百里酚蓝 (bromthymolblue) 指示剂, $\rho=1\text{g/L}$ 。

称取0.10g溴百里酚蓝溶于50mL水中, 加入20mL乙醇 (4.4), 用水稀释至100mL。

4.12混合指示剂

称取200mg甲基红溶于100mL乙醇 (4.4) 中; 另称取100mg亚甲蓝溶于100mL乙醇 (4.4) 中。

取两份甲基红溶液与一份亚甲蓝溶液混合备用, 此溶液可稳定一个月。

4.13碳酸钠标准溶液, $c(1/2Na_2CO_3)=0.0200\text{mol/L}$ 。

称取经180℃干燥2h的无水碳酸钠 (4.5) 0.5300g, 溶于新煮沸放冷的水中, 移入500mL容量瓶中, 稀释至标线。

4.14盐酸标准滴定溶液, $c(\text{HCl})=0.02\text{mol/L}$ 。

取1.7mL盐酸 (4.3) 于1000mL容量瓶中, 用水稀释至标线。

标定方法: 移取25.00mL碳酸钠标准溶液 (4.13) 于150mL锥形瓶中, 加25mL水, 加1滴甲基红指示液 (4.10), 用盐酸标准溶液 (4.14) 滴定至淡红色为止。记录消耗的体积。用公式 (1) 计算盐酸溶液 (4.14) 的浓度:

$$c(\text{HCl}) = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \quad (1)$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液 (4.14) 的浓度, mol/L;

c_1 ——碳酸钠标准溶液 (4.13) 的浓度, mol/L;

V_1 ——碳酸钠标准溶液 (4.13) 的体积, mL;

V_2 ——盐酸标准滴定溶液 (4.14) 的体积, mL。

4.15玻璃珠

4.16防沫剂,如石蜡碎片。

5仪器和设备

5.1氨氮蒸馏装置:由500mL凯式烧瓶、氮球、直形冷凝管和导管组成,冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管,使出口尖端浸入吸收液液面下。亦可使用蒸馏烧瓶。

5.2酸式滴定管:50mL。

6样品

6.1样品保存

水样采集在聚乙烯瓶或玻璃瓶内,要尽快分析。如需保存,应加硫酸使水样酸化至 $\text{pH}<2$, $2 \sim 5$ 下可保存7天。

6.2样品预蒸馏

将50mL硼酸吸收液(4.9)移入接收瓶内,确保冷凝管出口在硼酸溶液液面之下。分取250mL水样(如氨氮含量高,可适当少取水样,加水至250mL)移入烧瓶中,加2滴溴百里酚蓝指示剂(4.11),必要时,用氢氧化钠溶液(4.7)或硫酸溶液(4.8)调整 pH 至6.0(指示剂呈黄色)~7.4(指示剂呈蓝色)之间,加入0.25g轻质氧化镁(4.6)及数粒玻璃珠,必要时加入防沫剂(4.16),立即连接氮球和冷凝管加热蒸馏,使馏出液速率约为10mL/min,待馏出液达200mL时,停止蒸馏。

7分析步骤

7.1样品分析

将全部馏出液转移到锥形瓶中,加入2滴混合指示剂(4.12),用盐酸标准滴定溶液(4.14)滴定,至馏出液由绿色变成淡紫色为终点,并记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_s 。

7.2空白试验

用250mL水代替水样,按6.2步骤进行预蒸馏,按7.1步骤进行滴定,并记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_b 。

8结果计算

水样中氨氮的浓度用公式(2)计算:

$$\rho_N = \frac{V_s - V_b}{V} \times c \times 14.01 \times 1000 \quad (2)$$

式中: ρ_N ——水样中氨氮的浓度, 以氮计, mg/L;

V ——试样的体积, mL;

V_s ——滴定试样所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_b ——滴定空白所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——滴定用盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

14.01——氮的原子量, g/mol。

9 准确度和精密度

表 1 标准样品和实际样品的准确度和精密度

样品	氨氮含量 mg/L	重复性限 r mg/L	再现性限 R mg/L	相对误差 %
标样 1	2.76	0.106	0.146	0.73
标样 2	23.8	0.641	1.39	-0.42
地表水	6.60	0.109	0.515	-
生活污水	21.4	0.694	3.09	-

注: 由 5 家实验室参加验证, 每家实验室对每个样品重复测定次数均为 6 次。

10 质量保证和质量控制

10.1 无氨水的检查: 用盐酸标准溶液 (4.14) 滴定 250 mL 水, 消耗盐酸标准溶液的体积不得大于 0.04 mL。

10.2 蒸馏器清洗: 向蒸馏烧瓶中加入 350 mL 水, 加数粒玻璃珠 (4.15), 装好仪器, 蒸馏到至少收集了 100 mL 水, 将馏出液及瓶内残留液弃去。

10.3 预蒸馏: 在蒸馏刚开始时氨气蒸出速度较快, 加热不能过快, 否则造成水样暴沸、馏出液温度升高、氨吸收不完全, 馏出液

速率应保持在 10 mL/min 左右

。如果水样中存在余氯, 应再加入几粒结晶硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 去除。

10.4 标定盐酸标准滴定溶液时，至少平行滴定3次，平行滴定的最大允许偏差不大于0.05mL。

原文地址：<http://www.china-nengyuan.com/tech/97694.html>