



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 103—1999

城市生活垃圾 全氮的测定 半微量开氏法

Municipal domestic refuse—Determination of total nitrogen
—Semi-micro Kjeldahl method



1999-11-24 发布

2000-06-01 实施

中华人民共和国建设部 发布

CJ/T 103—1999

前 言

城市生活垃圾中全氮的测定方法在我国环卫行业尚属空白,各省市在监测分析时只是借鉴土壤或水质的分析方法,由于生活垃圾的综合利用、无害化处理研究工作需要了解生活垃圾特性及组分的有关内容,因此本标准结合环境监测、土壤理化检测中现行的分析方法,针对生活垃圾成分的复杂性和不稳定性,在实验室内进行对比实验和验证实验,对分析方法进一步修改与完善,编写了城市生活垃圾全氮的测定方法。

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标准技术归口单位上海市环境卫生管理局归口。

本标准由天津市环境卫生工程设计研究所负责起草。

本标准主要起草人:韩志梅、张 范。

本标准委托天津市环境卫生工程设计研究所负责解释。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市生活垃圾 全氮的测定
半微量开氏法

CJ/T 103—1999

Municipal domestic refuse—Determination of total nitrogen
—Semi-micro Kjeldahl method

1 范围

本标准规定了用半微量开氏法测定全氮的方法。
本标准适用于城市生活垃圾样品的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

CJ/T 3039—1995 城市生活垃圾采样和物理分析方法

3 样品的采集与制备

3.1 样品的采集与制备应按 CJ/T 3039 规定进行,使其达到所规定的 4-(1)b 烘干试样标准,处理过程不应超过 24 h。

3.2 城市生活垃圾含水率的测定应按 CJ/T 3039 规定进行,以备将试样测定结果进行换算。

3.3 试样的保存应按 CJ/T 3039 规定进行。

中华人民共和国建设部 1999-11-24 批准

2000-06-01 实施

4 原理

试样在催化剂(即硫酸钾、无水合硫酸铜与硒粉的混合物)的参与下,用浓硫酸消煮时,各种含氮有机化合物经过复杂的高温分解反应,转化为铵态氮,碱化蒸馏出来的氨用硼酸吸收后,以酸标准溶液滴定,计算出生活垃圾全氮含量(不包括全部硝态氮)。用还原法和非还原法测定生活垃圾的氮含量,其结果很接近,因此对生活垃圾试样全氮的测定用开氏法是科学有效的。

5 试剂

本实验所用蒸馏水均为无氨水,所用试剂凡没有指明规格者均为分析纯。

5.1 浓硫酸, $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

5.2 浓盐酸, $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ 。

5.3 无水碳酸钠(Na_2CO_3)基准试剂,使用前须经 180°C 干燥 2 h,并恒重。

5.4 2%硼酸吸收液(m/V)。

5.5 40%氢氧化钠溶液(m/V)。

5.6 0.02 mol/L 盐酸标准溶液。

吸取 16.7 mL 盐酸于 100 mL 容量瓶中,并用蒸馏水稀释至刻度后摇匀,此溶液为 2.0 mol/L 盐酸溶液,吸取该溶液 10.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度后摇匀,然后用无水碳酸钠(5.3)标定。

标定:准确称取已干燥过的无水碳酸钠 0.020 0g(精确至 0.000 1g),于锥形瓶中,加入 25 mL 新煮沸并冷却的蒸馏水和 2 滴指示剂(5.7),用 0.02 mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为淡紫色,记录消耗盐酸标准溶液的体积,按式(1)计算盐酸标准溶液的浓度,标定结果需用双份试料取其平均值,同时做空白实验。

$$c_0 = \frac{m \times 1\,000 \times 2}{106 \times (V - V_0)} = \frac{m}{0.053 \times (V - V_0)} \quad \dots\dots (1)$$

式中： c_0 ——盐酸标准溶液的浓度，mol/L；

m ——称取无水碳酸钠的质量，g；

V ——试样所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试样所消耗盐酸标准溶液的体积，mL；

2——中和 1 mol 无水碳酸钠所需盐酸的摩尔数；

106——无水碳酸钠的摩尔质量，g/mol。

所得结果应表示至四位小数。

5.7 甲基红-溴甲酚绿指示剂

分别称取 0.3 g 溴甲酚绿和 0.2 g 甲基红(精确至 0.01 g)于研钵中，加入少量 95% 乙醇研磨至指示剂全部溶解，用 95% 乙醇稀释至 100 mL，可保存一个月。

5.8 催化剂：分别称取 100 g 硫酸钾、10 g 五水合硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)和 1 g 硒粉于研钵中研细并充分混合均匀，贮存于磨口瓶中。

6 仪器

- a) 分析天平，感量为 0.000 1 g；
- b) 瓷研钵；
- c) 硬质开氏烧瓶，容积 500 mL；
- d) 半微量定氮蒸馏装置；
- e) 半微量滴定管，容积 5 mL；
- f) 锥形瓶，容积 150 mL；
- g) 四联可调电炉。

7 操作步骤

7.1 试样的消解

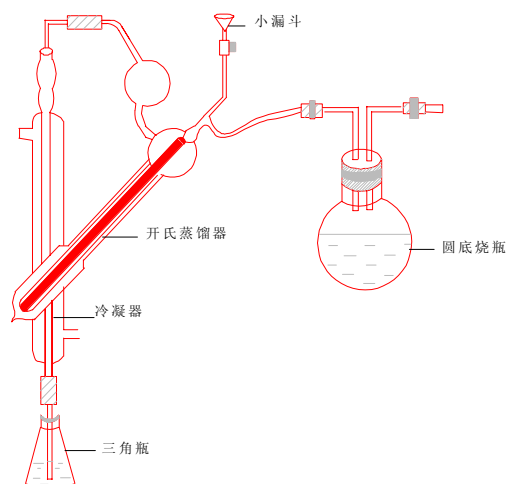
7.1.1 称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)，送入干燥的 500 mL

开氏瓶底部,加入少量的蒸馏水湿润样品,加 2 g 催化剂(5.8)和 5 mL 浓硫酸,摇匀,瓶口盖一小漏斗,置调温电炉上低温加热,待瓶内反应缓和时(约 30 min),适当调高温度,使溶液保持微沸,温度不宜过高,以硫酸蒸气在瓶颈上部 1/3 处冷凝回流为宜,待消解液全部变为灰白稍带绿色后,再继续消解 1 h,停止加热使其冷却。

7.1.2 将上述冷却后的消解液全部转移到 50 mL 容量瓶中,并用少量蒸馏水洗涤开氏瓶 4~5 次一并转移至容量瓶中,定容、摇匀,静置得到上清液 A。

7.2 氨的蒸馏

7.2.1 安装好蒸馏装置,见装置图,圆底烧瓶内加数粒玻璃珠,并检查其是否漏气后,用蒸馏水代替样品进行空白蒸馏,并通过水的馏出液将管道洗净(约 30 min)。



半微量开氏定氮装置图

7.2.2 于 150 mL 锥形瓶中加入 20 mL 硼酸吸收液(5.4),并滴加 2 滴指示剂(5.7),将蒸馏装置的冷凝管末端深入到吸收液面以下

1 cm 处,然后吸取 25 mL 上清液 A 于蒸馏室内,缓缓加入 10 mL 氢氧化钠溶液,启动蒸汽发生器,进行水蒸气蒸馏,馏出液体积约 50 mL 时,用 pH 试纸测馏出液为中性时,蒸馏结束,用少量硼酸吸收液洗涤冷凝管末端。

7.2.3 用已标定好的盐酸标准溶液(5.6)滴定馏出液,溶液由绿色变为淡紫色,记录所用盐酸标准溶液体积。

7.3 空白实验

空白实验与样品测定同步进行,除不加样品外,其余操作步骤均同样品的测定,空白所消耗盐酸标准溶液体积一般不应超过 0.1 mL。

8 分析结果的表述

全氮浓度 $c(\%)$ 按式(2)计算:

$$c = \frac{(V - V_0) c_0 \times 14.01 \times 2}{1\,000 \times m_{\text{样}}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定试样所用盐酸标准溶液体积, mL;

V_0 ——滴定空白时所用盐酸标准溶液的体积, mL;

c_0 ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

2——分取倍数;

$m_{\text{样}}$ ——试样质量, g;

14.01——氮原子的摩尔质量, g/mol。

所得结果应表示至四位小数。

9 精密度与准确度

实验室内连续测定三批样品,每批做三个平行试样,测得其含氮量为 0.332 4%~0.333 3%,相对标准偏差 $\leq 2.1\%$,用乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,简称 EDTA)做标准物质,在 0.5 g 试样中加入 0.05 g 标准物质,测得加标回收率为 94.5%~99.3%。