**发布**

**中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局**

**中国国家标准化管理委员会**

稀土废渣、废水化学分析方法

第5部分：氨氮量的测定

纳氏试剂光度法

Chemical analysis methods for rare earth waste residue or waste water—

Part 5: Determination of ammonia nitrogen—

Nessler's reagent spectrophotometry

（送审稿）

**201X-XX-XX 实施**

**201X-XX-XX发布**

**GB/T XXXX.5—201X**

**中华人民共和国国家标准**



ICS 77.120.99

H 65

前 言

GB/T XXXX《稀土废渣、废水化学分析方法》共分为5个部分：

——第1部分：氟离子的测定 离子选择电极法；

——第2部分：化学需氧量(COD)的测定 重铬酸钾滴定法；

——第3部分：弱放射性的测定；

——第4部分：铜、锌、铅、铬、镉、钡、钴、锰、镍、钛的测定 电感耦合等离子体光谱法；

——第5部分：氨氮量的测定 纳氏试剂光度法。

本部分为第5部分。

本部分包含三个分析方法，方法1为纳氏试剂光度法，方法2为水杨酸分光光度法，方法3为蒸馏-中和滴定法。当方法1与方法2测定范围重叠时，以方法1为仲裁方法；当方法1与方法3测定范围重叠时，以方法3为冲裁方法。

本标准是按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草的。

本部分由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC229）提出并归口。

本部分负责起草单位：虔东稀土集团股份有限公司、赣州艾科锐检测技术有限公司、包头稀土研究院。

本部分方法1参加起草单位：赣州晨光稀土新材料股份有限公司、赣州有色冶金研究所、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司

本部分方法1主要起草人：

本部分方法2参加起草单位：

本部分方法2主要起草人：

本部分方法3参加起草单位：

本部分方法3主要起草人：

稀土废渣、废水化学分析方法 第5部分：氨氮量的测定（方法1）纳氏试剂光度法

1. 范围

本部分规定了稀土废渣浸出液及废水中氨氮量的测定方法。

本部分适用于稀土废渣浸出液及废水中氨氮量的测定。共包含了3个方法，方法1纳氏试剂光度法，方法2xxxx法，方法3xxxx法。方法1测定范围：0.5~900mg/L。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

1. 方法原理

稀土废渣参照HJ/T299处理，取其浸取液后，统一按水样进行处理。试样在碱性条件下，碘化汞和碘化钾的碱性溶液与氨反应生成淡黄棕色的络合物，该络合物的色度与氨氮的含量成正比，于波长420nm处测量吸光度。

1. 试剂和材料

4.1 硝酸（ρ=1.42g/mL），优级纯。

4.2 硫酸（ρ=1.83g/mL），优级纯。

4.3 盐酸（1mol/L），优级纯。

4.4 氢氧化钠溶液（1moL）。

4.5 轻质氧化镁：将氧化镁置于500℃马弗炉中灼烧一小时，除去碳酸盐 。

4.6 溴百里酚蓝指示剂（0.05%）。

4.7 硼酸（20g/L）。

4.8 浸提剂：将质量比为2:1的硫酸（4.2）和硝酸（4.1）混合液加入纯水中，将酸度调至pH=3.20±0.05。

4.9 酒石酸钾钠溶液：称取50g酒石酸钾钠溶于100mL水中，加热煮沸以除去氨，冷却，移入聚乙烯瓶中，密封保存。

4.10 纳氏试剂：称取16g氢氧化钠，溶于50mL水中，充分冷却至室温。另称取7g碘化钾和10g碘化汞溶于水，将此溶液在搅拌下缓慢加入氢氧化钠溶液中，以水稀释至100mL，将上清液移入聚乙烯瓶中，密封保存。

4.11 氨氮标准贮存溶液：称取3.8910g在105℃～110℃干燥至恒量的氯化氨（优级纯）于250mL烧杯中，用水溶解移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg氨氮。

4.12 氨氮标准溶液：移取5.00mL氨氮标准贮存溶液（4.11）至500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，

混匀。此溶液1mL含10μg氨氮。

4.13 防爆沸颗粒。

1. 仪器设备

5.1 分析天平：感量0.1mg。

5.2 带氮球的定氮蒸馏装置：500mL凯氏烧瓶、定氮球、直形冷凝管、导管

5.3 分光光度计

5.4 电动搅拌机

5.5 pH计（精度为±0.05）

1. 试样

6.1 稀土废水：实验室样品应在聚乙烯瓶中采集或保存，应尽快分析，实验前将样品混匀或摇匀。如需保存，应加硝酸使水样酸化至pH＜2，2～5℃下可保存7 天。若样品含大量有机物或有浑浊沉淀，应先干过滤后检测。

6.2 稀土废渣：试样105℃烘干后粉碎，颗粒过40目筛。称取试样至烧杯，按液固比为10:1（L/kg）计算需注浸提剂（4.9）的体积，准确转移相应体积的浸提剂（4.9）至烧杯中，用转速为30±2r/mim电动搅拌机（5.6）搅拌6小时后再浸泡14小时，过滤，取浸取液，待测。

1. 分析步骤
   1. 试料
2. 移取适量试样（6）。
   1. 测定次数

移取两份试料（7.1）进行平行测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定

7.4.1 蒸馏装置的预处理：加250mL水于凯氏烧瓶中，加0.25g轻质氧化镁（4.5）和数粒爆沸颗粒（4.13），加热蒸馏至馏出液不含氨为止。

7.4.2 样品预处理

7.4.2.1 移取适量试样（6）于凯氏烧瓶中，加数滴溴百里酚蓝指示剂（4.6），用盐酸（4.3）或氢氧化钠溶液（4.4）调节试液成淡蓝色，加入0.25g轻质氧化镁（4.5），以水稀释试样体积约300mL，加入数颗防爆沸颗粒（4.13），快速连接氮球和冷凝管（5.2），以盛有50mL硼酸溶液（4.7）的200mL烧杯盛

接馏出液，导管下端应在吸收液液面下。轻轻摇匀试样，加热蒸馏，控制1min/5mL蒸馏，蒸出液体积达150mL时，停止蒸馏，取下烧杯，将试液转入200mL容量瓶中以水稀释至刻度，混匀。

7.4.3 氨氮的测定

7.4.3.1 移取适量样品（7.4.2）于50mL的比色管中（使氨氮含量不超过100ug），用水稀释至刻度，加1.0mL酒石酸钾钠溶液（4.9）混匀，加1.5mL纳氏试剂（4.10）混匀。放置10min，于2cm比色皿，分光光度计420nm波长处以水为参比，测量吸光度，由工作曲线上查得氨氮的微克数，计算样品中氨氮的含量。

7.4.3.2 标准工作曲线的绘制：移取0mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、5.00mL、7.00mL、10.00mL氨氮标准溶液（4.12），分别置于一组50mL的比色管中，用水稀释至刻度，以水做参比，按（7.4.3.1）步骤操作。

7.4.3.3 以氨氮的质量为横坐标，对应吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

1. 分析结果的计算

按公式（1）计算氨氮的质量浓度ρ（mg/L）：

…………………………………………（1）

式中：

—从标准曲线上查得氨氮量，单位为微克（g）；

—移取试液体积，单位为毫升（mL）。

1. 精密度
   1. 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 含量（浓度）/ mg/L | 重复性限（r）/% |
| 0.5 |  |
| 2.10 | 0.42 |
| 12.11 | 0.72 |
| 47.91 | 20.50 |
| 272.09 | 28.69 |
| 681.25 | 22.07 |
| 900 |  |
| 注：重复性限（*r*）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 | |

* 1. 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 含量（浓度）/ mg/L | 允许差/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

1. 质量保证与控制

每周用自制的控制标样（如有国家级或行业级标样时，应首先使用）校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。