

凯氏定氮仪测定植株中的氮含量

1 前言

植株包括根、茎、叶等部分的成长的植物体。本实验参照标准《NY/T 2419-2013 植株全氮测定 自动定氮仪法》及《NY/T 2017-2011 植物中氮、磷、钾的测定》中的方法使用过氧化氢消解植株样品，以备后续检测氮、磷、钾元素。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

2.2 试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠，过氧化氢（30%），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1.1 试样预处理

采集到的植株如需洗涤，应在刚采集的新鲜状态时用湿面部擦净表面污染物，然后用水淋洗 1 次~2 次后尽快擦干。

3.1.2 新鲜植株制备样品

将新鲜植株剪碎，用四分法缩分后，立即在 80°C~90°C 鼓风干燥箱中烘 15min~30min 杀青，降温至 60°C~70°C，烘干至易磨碎状态。样品稍冷后立即粉碎，使之全部通过 0.25mm 筛，密封备用。

3.1.3 风干植株制备样品

将植株剪碎，用四分法缩分后铺成薄层，在 60°C~70°C 鼓风干燥箱中干燥约 12h 至易磨碎状态。样品冷却后立即粉碎，使之全部通过 0.25mm 筛，密封备用。

3.2 取样

称取制备好的试样 0.2g~0.5g (精确至 0.1mg)，加入消化管，加入 1mL 水润湿。沿消化管壁加入浓硫酸 5mL。摇匀，分两次加入过氧化氢，每次 2mL，摇匀，加盖小漏斗，待激烈反应结束后，置于 300°C 消解炉上加热消解，使固体消失成为溶液，待硫酸发白烟，固体变成褐色时，停止加热，消化管取下稍冷却并将消解炉温度设置到 350°C。稍冷后加入 10 滴过氧化氢在 350°C 下消煮约 5min，冷却，再加入 10 滴过氧化氢消煮。如此重复直至溶液呈清亮或无色后（一般情况下，过氧化氢加入的总量为 6~10mL）再继续加热 5min，以除去多余的过氧化氢。将消化管取下冷却。

3.3 测试

表 1 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	30mL	20mL	5min	100%	0	0.1000mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 2 植株中氮含量测试结果

样品名称	取样量 g	氮含量%	平均值%
植株 (秋叶)	0.5014	2.6314	2.6311
	0.5074	2.6264	
	0.5052	2.6354	

4.2 结论

结果表明,本次测试植株中氮含量为 2.6311%。重复性符合《NY/T 2017-2011 植物中氮、磷、钾的测定》中在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 7%的要求。本消解方法适合测试植物中氮磷钾中的氮测定,此消解液可后续测定磷及钾元素含量。

参考文献

[1]NY/T 2419-2013 植株全氮测定 自动定氮仪法[S].

[2]NY/T 2017-2011 植物中氮、磷、钾的测定[S].

注意事项

- 1) 本消解方法适合植物中氮、磷、钾的测定。
- 2) 总消解时间约为 1~3 小时,具体加热温度及时间可根据实际样品的情况适时调整。