

凯氏定氮仪测定掺混肥中的氮含量

1 前言

掺混肥又称 BB 肥、干混肥料，是含氮、磷、钾三种营养元素中任何两种或三种的化肥，是以单元肥料或复合肥料为原料，通过简单的机械混合制成，在混合过程中无显著化学反应。掺混肥特别适用于土地面积大、土壤类型复杂以及作物种类繁多的地区。现在依据《GB/T 8572-2010 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》、《GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法》来测试某掺混肥中的氮含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪，SH520 自动消解仪，分析天平。

2.2 试剂

硫酸（分析纯），盐酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40% 氢氧化钠，铬粉（200 目），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

先往消化管中加入 0.5g 铬粉，再加入样品 0.1g 左右（精确值 0.1mg），并用 10mL 蒸馏水冲洗称量纸和消化管壁。依次加入 5mL 盐酸，全部加完后计时 10min 并缓慢摇晃消化管。计时结束后将消化管放入已升温至 300℃ 的消解炉上，待其沸腾后计时 1min 取下冷却。消化管冷却后沿壁加入硫酸 10mL，重新消解。

3.2 消解

利用自动消解仪进行消解，将消化管放入消解炉，盖上排气罩，连接废气吸收系统，设定消解参数如下表 1：

表 1 消解参数设置

阶段	温度/℃	保持/min
1	300	20
2	350	45

3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度	蛋白系数
20mL	30mL	40mL	5min	100%	0.1112mol/L	-

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品	样品重量(g)	滴定体积(mL)	氮含量 (%)	平均值(%)	RSD
掺混肥	0.1127	22.510	30.774	30.807	0.5
	0.1022	20.562	30.966		
	0.1026	20.453	30.680		

4.2 结论

测试结果显示该掺混肥中氮含量平均值为 30.81%，且平行性较好， $RSD \leq 0.5\%$ 。

参考文献

[1] GB/T 8572-2010 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法[S].

[2] GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法[S].