

一次精盐水中总无机氮含量测定

一、前言

一次精盐水是卤水经过浮上、沉淀、过滤等方法去除杂质的盐溶液，其中钙镁离子、铵离子硫酸根离子等均是需要去除的杂质。本方案给出了利用凯氏定氮法测定一次精盐水中总无机氮（铵态氮与硝态氮）含量的方法。

仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

2.2、试剂

36%盐酸，20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠溶液，铬粉（细度小于 850 μm ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、取样

称取 0.5g 左右的铬粉置于消化管中。

用移液管准确称取样品 50ml，置于消化管中。

3.2、还原

往消化管中加入 5ml 盐酸，计时静置 10 分钟。

将静置过后的消化管放置于提前预热至 300℃ 的消解仪上，待底部液体沸腾，计时煮沸 1~2 分钟后，取下消化管，静置冷却至室温。

3.4、测试

还原完成后，待样品冷却，迅速上机测试定。

定氮仪参数设置参见下表：

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	滴定酸浓度	硼酸	稀释水	蛋白质系数
5min	100%	20ml	0.1000mol/L	20ml	40ml	-

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的卤水样品经还原、蒸馏、滴定，得到实验结果如下表所示：

蛋白质含量测试结果

样品名称	样品体积/ml	滴定体积/ml	氮含量/(mg/L)	平均值/(mg/L)	RSD/%
一次 精盐水	50	0.3580	6.938	6.959	0.24
		0.3590	6.970		
		0.3595	6.980		
		0.3584	6.958		
		0.3579	6.948		

4.2、结论

本次测试的一次精盐水样品的氮含量为 6.959mg/L、RSD 值为 0.24%，结果平行性良好。