

凯氏定氮仪测定液体氮肥 UAN 中的总氮含量

一、前言

UAN，即尿素硝酸铵水溶液，是一种新型的液体氮肥，含有硝态氮、铵态氮和酰胺态氮，具有高氮含量和高效吸收率的特性。农业行业标准《尿素硝酸铵溶液》(NY 2670-2015)明确尿素硝酸铵溶液是以合成氨与硝酸中和形成的硝酸铵溶液、尿素溶液为原料按比例加工而成的水溶肥料。UAN 中的氮含量是化肥行业关注的核心指标，其含量直接反应了生产工艺和产品的质量。本方法给出了利用凯氏定氮仪测定液体氮肥中总氮含量的方法（包括铵态氮、硝态氮和酰胺态氮）。

仪器与试剂

2.1、仪器

K1100F 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），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，混合催化剂（6gK₂SO₄、0.4gCuSO₄），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。

准确称取样品 1g（精确至 0.1mg）左右，用去离子水精确稀释 10 倍（精确至 0.1mg），称取稀释后的溶液 0.7g（精确至 0.1mg）置于消化管中。对于本实验所测固体化肥，准确称取样品 0.15g（精确至 0.1mg）左右。往消化管中加入 10ml 纯水。

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。

3.3、加酸及消解

于冷却后的消化管中加入 10ml 浓硫酸，并将消化管置于消解仪上，消解程序参见下表：

阶段	消解温度/°C	保温时间/min
1	200	10
2	270	20
3	350	30

3.4、测试

消解完成后，待样品冷却，上机测试。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%	40ml	0.1000mol/L	20ml	40ml	-

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的UAN溶液样品经还原、消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表3所示：

表3 蛋白质含量测试结果

样品名称	样品重量/g	氮含量/%	原液氮含量/%	平均值	RSD/%
稀释后 液体化肥 溶液	0.7015	3.5717	35.717	35.7176%	0.08
	0.7068	3.5726	35.726		
	0.7043	3.5698	35.698		
	0.7012	3.5755	35.755		
	0.7077	3.5682	35.682		

4.2、结论

本次测试的UAN样品的氮含量为35.7176%、RSD值为0.08%，结果平行性良好。

4.3、备注

对于含有硝态氮、铵态氮和酰胺态氮的样品，必须通过先还原硝酸根、再消解转化酰胺态氮的步骤进行总

氮含量的测定。这是由于消解过程中，当硝酸根离子和铵根离子同时存在于消解液中时，硫酸提供的氢离子使得消解液中存在硝酸。在加热的条件下，硝酸分解成为二氧化氮，并与消解液中的铵根离子发生歧化反应生成氮气，导致铵态氮和硝态氮的损失，造成蒸馏结果偏低。因此，本实验所引用国标中的另一种利用定氮合金进行还原蒸馏（先消解、后还原蒸馏）的方法并不适用。

参考文献

- [1] GB/T 85720 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法[S].