

凯氏定氮仪测定沼液的氮含量

一、前言

沼液多为牛粪、兔粪、鸡粪混合发酵而成，沼液的主要成分包括发酵过程中产生的有机、无机盐类(如铵盐、钾盐、磷酸盐等)、微量元素(如钙、铜、铁、锌、锰等)和多种水解酶(如纤维素酶、蛋白酶、淀粉酶等)等可溶性物质。沼液的具体作用有提高作物产量，改善土壤理化性质，此外，施用沼液可以不同程度的活化土壤中的铜、锌、铁等微量元素，调整土壤的碳氮比满足土壤微生物的营养需求，活化土壤中的某些酶，建立良好的土壤环境。本实验使用凯氏定氮法对沼液中的氮含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 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），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（ $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 0.2gCuSO_4 ）， 0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取混合均匀的样品 1g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g（ $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 0.2gCuSO_4 ），沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，盖好排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	250℃	15min
2	420℃	60min
2	冷却	20min

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

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

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的沼液样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	平均值	RSD
沼液	1.0300g	0.3712%	0.371%	0.27%
	1.0613g	0.3701%		
	1.0454g	0.3721%		

4.2、结论

本次测试的沼液的氮含量为 0.371%、RSD 值为 0.27%，结果平行性良好。

五、注意事项

若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表中升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	250℃	20min
2	420℃	80min