

## 卤水中总无机氮含量测定

### 一、前言

卤水是含盐量大于 5%的矿化很强的水，一般聚集于地表或者地下，常作为化工原料以提取食盐、碘、硼、溴等。卤水中的铵根离子等含氮物质过高会影响卤水质量，在电解槽中生成的三氯化氮易导致爆炸隐患。因此，卤水中的含氮量是化工企业关注的指标之一。本方案给出了利用凯氏定氮法测定卤水中总无机氮含量的方法/

### 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  $\mu\text{m}$ ），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：

氮含量测试结果

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/%
卤水	50	1.0033	28.088	28.164	0.29
		1.0085	28.256		
		1.0064	28.188		
		1.0073	28.217		
		1.0028	28.072		

### 4.2、结论

本次测试的卤水样品的氮含量为 28.164mg/L、RSD 值为 0.29%，结果平行性良好。