

凯氏定氮仪测定表面处理废物的氮含量

一、前言

根据《国家危险废物名录》（2016年版），HW17类表面处理废物来源于金属表面处理和热处理加工业，主要包括氯化亚锡、氯化锌、氯化铵敏化处理产生的废渣和废水处理污泥；电镀过程中产生的废镀液、镀渣和废水；处理污泥、金属和塑料表面的酸（碱）洗、脱脂、除锈、水洗、磷化、抛光、废腐蚀液等。表面处理废物含有大量有毒重金属和腐蚀性废液，如铬、镉、镍等。如果处理不当，将对人体和生态环境造成严重和长期的二次污染。本实验使用凯氏定氮法对表面处理废物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（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品0.5g（精确至0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂3.2g（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），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，不盖排废罩，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	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

实验选取的表面处理废物样品经消解、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
表面处理废物	0.5108g	0.4314%	0.4327%	0.33%
	0.5120g	0.4326%		
	0.5132g	0.4342%		

4.2、结论

本次测试的表面处理废物的氮含量为 0.4327%、RSD 值为 0.33%，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

