

上海沛欧定氮仪和消化炉检测土壤标准品中 N 含量

参考文献:

凯氏法原理: 样品在浓硫酸和催化剂硫酸铜、硫酸钾高温硝化反应, 把有机的氮结构转化成无机的硫酸氮形式的氮, (为了使得样品消化时不产生挂壁, 必须采用样品孔间温差小和带程序升温功能的消化炉, 否则会产生挂壁现象, 导致消化失败) 消化完成后, 需要将样品冷却到 40℃左右, 再把消化管放入定氮仪上。仪器对消化管内自动添加稀释液、碱, 反应杯内自动添加硼酸和显色剂。对消化管内样品加热蒸馏, 产生氨气和水蒸气结合形成氨水, 氨水通过冷凝管冷却流到反应杯内被硼酸吸收, 生成硼酸氨, 同时用标准硫酸进行滴定, 直到蒸馏结束和滴定到终点。

仪器设备和试剂:

1. 全自动定氮仪 SKD-1000 (上海沛欧分析仪器有限公司)
2. 消化炉 SKD-20S2 (上海沛欧分析仪器有限公司)
3. 万分之一天平

标准硫酸浓度: 0.01mol/L

40%的氢氧化钠水溶液

2%的硼酸+甲基红和嗅甲酚绿混合的指示剂

催化剂 (硫酸铜: 硫酸钾为 1: 10 的混合物)

蒸馏水

样品为上海水产研究所提供的土壤标准品: 665mgN/KG (允许误差±50mg)

操作条件和程序:

1, 把 4 个土壤样品移入 4 个消化管内, 4 个消化管再放入 5 克催化剂, 1g 的样品加入 9 8 %浓硫酸 10ml, 1.5g 的样品加入 9 8 %浓硫酸 12ml, 空白放相同的催化剂和浓硫酸, 按序号放入消化炉, 盖上排废气装置, 打开抽气泵上水龙头开关。

消化炉温度-时间曲线设置:

180 度 (5 分钟) —250 度 (10 分钟) —350 度 (10 分钟) ——380 度 (70 分钟)。

程序段	R: 斜率 (min/°C)	T: 保温时间	C: 目标温度
1	200	5	180
2	180	10	250
3	180	5	350
4	200	60	380

消化炉根据时间-温度曲线自动升温 and 保温, 直到消化结束。把消化架取下放在冷却架上, 冷却到 4 0 °C 左右。

定氮仪设置：加稀释液 40ml、氢氧化钠 40ml、标准酸硫酸 0.01 (mol/L)、硼酸和指示剂加 50ml(仪器定量设置)，蒸馏方式：定时 (6 分钟)、蒸馏功率 100% (1500W)、加碱方式：间段式加碱。

输入 4 个样品的编号、重量、标准酸浓度

氮含量计算公式 $N\% = 1.401(v-v_0)c/m$

N%-----氮含量

v-----消耗标准酸体积 (ml)

V0-----空白消化标准酸体积(ml)

C-----标准硫酸浓度 (mol/L)

m-----样品体积(ml)

检测数据见下表，打印数据见打印报告：

土壤标准品：665mgN/KG (允许误差±50mg)

编号	样品重量 g	空白 (ul)	标准酸浓度 mo/l	样品消耗标准酸量 ml	N 含量%	示值误差%
1	1.0013	1220	0.01	5.972	0.0664 (=664mgN/kg)	-1mg
2	1.0198	1220	0.01	6.082	0.0667 (=667mgN/kg)	+2mg
3	1.4997		0.01	12ml 硫酸消化失败		
4	1.5015		0.01	12ml 硫酸消化失败		

备注：1，称取 1g 样品，样品消化完全彻底，回收率高，重复性好

称取 1.5g 样品，样品未消化完全，消化失败，每个样品量特性不一样所以样品量不是越多越好，消化时固体样品量太多，硫酸要加得更多，消化难度加大。样品量与浓硫酸的稀释有着密切的关系，会影响消化效果。

提示：样品量称取 0.3~1 克，加入浓硫酸 8ml~10ml，加入硫酸铜：硫酸钾为 1：9 的混合物 5 克。以上仅供参考。

2，对于样品氮含量低的样品，应该使用合适的标准酸浓度，本次实验使用的 0.01mol/L 的标准酸。选取滴定标准酸与测定样品中的含氮量的关系

滴定标准酸的摩尔浓度	测定样品中的含氮量
0.02 摩尔浓度	1~20 毫克氮
0.1 摩尔浓度(常规)	15~100 毫克氮
0.15 摩尔浓度	30~160 毫克氮