

凯氏定氮仪测定硝酸铵钙中的氮含量

1 前言

硝酸铵钙是一种国内外常用的硝铵改性产品，为白色圆形造粒，100%溶于水，是一种含氮和速效钙的新型高效复合肥料。《HG/T 3733-2004 氨化硝酸钙》中给出的测试方法为定氮合金还原法，经实践反馈该方法有其局限性，单个样品测试时间长，且结果重复性较差。另一种方法为《GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法》中的铬粉还原的方法，本实验采用两种方法对同一样品进行对比测试。

2 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。

2.2 试剂

盐酸（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，铬粉，0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

先往消化管中加入 0.5g 铬粉，然后称取样品 0.2g 左右（精确至 0.1mg）加入消化管中，并加入 10mL 水并摇晃消化管使样品充分溶解。

3.2 样品前处理

依次往消化管中加入 5mL 盐酸，全部加完后静置 5~10min（不超过 10min），并将石墨消解炉提前升温至 300℃。然后将消化管放到已升温至 300℃的石墨消解炉上，待其沸腾后计时 1.5min 后取下冷却。

3.3 测试

表 1 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	30mL	30mL	5min	100%	0	0.1224mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 2 硝酸铵钙中的氮含量测试结果

样品名称	方法	氮含量%	平均值%	RSD%
硝酸铵钙	铬粉还原	15.221	15.240	0.13
		15.229		
		15.246		
		15.265		
	定氮合金 还原	15.148	15.205	0.60
		15.202		
		15.334		
		15.136		

4.2 结论

测试结果显示本次两种方法测试的硝酸铵钙中氮含量分别为 15.240%和 15.205% ,RSD 分别为 0.13%和 0.60%。可见两种方法测试的结果相差较小，但铬粉还原方法结果重复性较好。推荐采用铬粉还原的方法测试含有硝酸态氮的样品。

参考文献

[1]HG/T 3733-2004 氮化硝酸钙[S] .

[2]GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法[S] .