

凯氏定氮法测定硫基化肥中的氮含量

一、前言

采用凯氏定氮法测定硫基化肥中的氮含量具有重要的农业与工业意义。氮是植物生长所必需的三大营养元素之一，直接影响作物的产量与品质。硫基化肥在提供硫元素的同时，也含有一定量的氮素，其氮含量的准确测定对于合理施肥、科学制定施肥方案具有重要参考价值。凯氏定氮法作为经典且广泛应用的总氮测定方法，具有适用范围广、结果可靠等优点，尤其适用于各种形式氮（如有机氮和铵态氮）的检测。

通过凯氏定氮法对硫基化肥进行分析，不仅有助于生产企业控制产品质量、确保标示养分与实际含量一致，也为农技人员和农民科学选用化肥提供依据，避免氮素过量或不足造成的环境污染与资源浪费。同时，该方法还可作为肥料行业标准检测手段之一，应用于市场监督、产品注册及进出口检测等环节，有助于规范化肥市场，推动农业绿色发展。综上，凯氏定氮法在硫基化肥氮含量测定中的应用，对保障农业生产效率与生态安全具有重要意义。

传统的凯氏定氮法测定肥料中的氮含量，多采用反滴定法。由于反滴定法对吸收液的浓度、添加量的精准度均具有很高的要求，因此测试过程较繁琐，并且容易犹豫人工操作不当产生误差。本方案参考《NY/T 2542-2014 肥料 总氮含量的测定》，采用优化后的凯氏定氮法中的正滴定法测定含有酰胺态氮和铵态氮的硫基化肥、尿素肥中的总氮含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，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， 0.1mol/L 硫酸标准滴定液（以氢离子浓度计）。

三、实验方法

3.1、样品制备

用称量纸准确称取样品 0.1g 左右（精确至 0.1mg），然后转移至消化管中。称量纸不可一并转移，若称量纸上有少量样品残留，则小心用纯水冲洗滤纸，洗液合并至消化瓜中，然后继续用适当纯水冲洗消化

管壁，加入纯水的总量不超过 10mL。

3.2、消解

向消化管中加入 10mL 浓硫酸，按照下表设置消解程序：

温度梯度/° C	保温时间/min
380	45

3.3、测试

消解完成，待样品冷却并不再冒酸雾后上机测试，定氮仪参数设置参见下表：

测试类型	蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	滴定酸浓度浓度	硼酸	稀释水	蛋白系数
总氮	5min	100%	40mL	0.01041 (H ⁺) mol/L	50mL	40mL	—

仪器自动进行蒸馏、滴定、结果计算。

四、结果与讨论

经过消解、蒸馏、滴定，四种硫基化肥和一种尿素肥样品的总氮测试结果如下表：

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%	绝对相差/%
硫基化肥 1（细颗粒）	0.1009	0.0336	21.4160	30.944	31.004	0.120
	0.1020		21.7328	31.064		
尿素（细颗粒）	0.1024		32.5094	46.310	46.262	0.095
	0.1015		32.1576	46.214		
硫基化肥 2（粗颗粒）	0.1017		21.3790	30.648	30.602	0.092
	0.1013		21.2314	30.556		
硫基化肥 3（细颗粒）	0.1052		18.8012	26.050	25.958	0.185
	0.1011		17.9420	25.865		
硫基化肥 4（粗颗粒）	0.1035		22.1367	31.184	31.112	0.144
	0.1064		22.6512	31.040		

结果显示，硫基化肥 1、2、3、4 的总氮含量分别为 31.004%、30.602%、25.958%、31.112%，绝对相差分别为 0.120%、0.092%、0.185%、0.144%，均符合参考国标[1]中绝对相差不超过 0.3%的要求；尿素肥的总氮含量为 46.219%，绝对相差为 0.095%，同样符合参考标准的要求，并符合参考国标[2]中绝对相差不超过 0.1%的要求。

五、参考

[1] NY/T 2542-2014 肥料 总氮含量的测定[s]

[2] GB/T2441.1-2008 尿素的测定方法 第 1 部分：总氮含量[s]