

凯氏定氮仪测定海洋沉积物中氮含量

一、前言

海洋沉积物氮含量是反映海洋底质环境状况、解析海洋生源要素循环规律及评价海域生态系统健康水平的关键指标，精准量化其含量是开展海洋环境监测、污染治理与生态保护的重要基础。凯氏定氮法作为经典的氮元素定量分析方法，具有操作便捷、结果稳定、准确性高的优势，结合自动化凯氏定氮仪开展测试，可有效提升分析效率与数据精密度，为沉积物中总氮含量测定提供可靠技术手段。依据 GB 17378.5-2007《海洋监测规范 第5部分：沉积物分析》规范操作，严格把控样品采集、前处理、消解蒸馏、滴定计算等关键环节，能够保障测试数据的规范性、可比性与溯源性。通过系统测定海洋沉积物氮含量，可为评估海洋底质污染程度、研判氮素迁移转化规律、制定海洋生态环境保护策略提供科学数据支撑，对守护海洋生态安全、推进海洋环境可持续监测与治理具有重要现实意义。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

K1160+K1124 全自动凯氏定氮仪、SH520 自动消解仪、分析天平等。

2.2 试剂

试剂：甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、硒粉、浓硫酸、95%乙醇。

试液：硼酸溶液(20g/L)：称取 20g 硼酸，加水溶解后并稀释至 1000mL；

氢氧化钠溶液(400g/L)：称取 40g 氢氧化钠加水溶解后，放冷，并稀释至 100mL；

甲基红溶液(1g/L)：称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL；

溴甲酚绿溶液(1g/L)：称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL；

甲基红-溴甲酚绿溶液：将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。

2.3 样品

海洋沉积物

三、实验方案

3.1 样品称量

准确称取已在 105℃烘箱中烘干 2h 的样品 2.5g（精确至 0.1mg），转移至洁净的消化管中。

3.2 消解

向消化管中加入 3g 硫酸钾、0.1g 硒粉以及 12mL 浓硫酸，置于已升温至 200℃的消解仪上。待泡沫消失后，将消解仪升温至 300℃。当温度达到 300℃后，将消化管取下放凉，加入 1mL30%过氧化氢，待反

应停止后将消化管放置在消解仪上。设置消解程序如表一：

表一 消解程序

温度梯度/℃	保温时间/min
420	60

消解完成后，将样品架取下，使其自然冷却。

注：消解结束后的样品呈乳黄色，放凉后为灰白色。

3.3 蒸馏与滴定

待消解程序完成，消化管冷却并无酸雾后，上凯氏定氮仪检测，定氮仪参数设置如下表。

表二：K1160 全自动凯氏定氮仪参数设置

滴定酸/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.01043	25	45	30	5	100

四、测试结果

表三：样品氮含量表

样品	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/mg/g	均值/mg/g	精密度/mg/g
海洋沉积物	2.5053	0.4143	4.0238	0.2104	0.20	0.01
	2.5075		3.7883	0.1965		

氮含量计算公式：

$$TN = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 14}{m}$$

式中：TN—样品中氮的含量，单位为毫克每克(mg/g)；

V_1 —试液消耗标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 —试剂空白消耗标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；

C—标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

14—氮转换系数；

m—试样的质量，单位为克(g)。

五、结论

由结果可知，K1160 全自动凯氏定氮仪可用于海洋沉积物样品中的氮含量的测试。

六、参考文献

[1] GB 17378.5-2007 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析