

凯氏定氮仪、紫外可见分光光度仪测定盐卤水中的蛋白质含量

一、前言

盐卤水是含盐量大于 5%的矿化很强的水，一般聚集于地表或者地下，常作为化工原料以提取食盐、碘、硼、溴等。卤水中的铵根离子等含氮物质过高会影响卤水质量，在电解槽中生成的三氯化氮易导致爆炸隐患。因此，卤水中的含氮量是化工企业关注的指标之一。本方案给出了利用凯氏定氮法蒸馏及分光光度法测定除氯盐卤水中总氮（无机氮、有机氮）含量的方法。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K9840 自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平，i8 双光束紫外可见分光光度计等

2.2、试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，1mol/L 氢氧化钠溶液，400g/L 氢氧化钠溶液，催化剂（0.2g CuSO_4 ），纳氏试剂，一级去离子水，三级去离子水。

三、实验方法

3.1、样品制备

准确移取样品 25ml 后加入消化管，加入催化剂（0.2g 硫酸铜），加入硫酸 10ml。

3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，盖好排废罩，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	200℃	50min
2	380℃	30min
3	冷却	30min

3.3、蒸馏

上机蒸馏，定氮仪参数设置参见下表。

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	硼酸	淋洗水	稀释水	蛋白系数
5min	100%	30mL	20mL	5ml	40mL	—

蒸馏完成后，得到馏出液体积约 200ml，用去离子水定容至 250ml，待用。

3、配制参比溶液

称取 3.8194g 经烘干的分析纯氯化铵，用去离子水溶解并定容至 1L，摇匀静置 6h。分别移取定容液 0、50、10、150、200 μ l，用去离子水定容至 100ml，作为参比溶液，其浓度分别为 0、0.5、1.0、1.5、2.0mgN/L。

4、测试吸光度

分别移取 50ml 定容后的馏出液和参比溶液于 50ml 比色管中，加入 1ml 氢氧化钠溶液和 1ml 纳氏试剂，用 10mm 比色皿于 420nm 波长下测定吸光度。

四、结果与讨论

4.1、实验结果

经过分析检测，氯化铵标准参比溶液的浓度和吸光度如下表：

参比溶液	
含量/(mgN/L)	吸光度/Abs
0.0	0.078
0.5	0.140
1.0	0.217

1.5	0.302
2.0	0.384

以含量为横坐标，吸光度为纵坐标做拟合曲线，得到拟合公式为 $y=0.1548x+0.0694$ ，线性相关系数为 $R^2=0.9967$ 。根据拟合公式得到样品的氮含量如下表，其中，去离子水于 420nm 下的吸光度为 0Abs：

样品				
	含量/(mgN/L)	吸光度/Abs	均值/(mgN/L)	原液浓度/(mgN/L)
样品 1	0.921	0.212	0.941	9.406
	0.960	0.218		
样品 2	0.863	0.203	0.892	8.921
	0.921	0.212		

4.2、结论

本次测试的除氯盐卤水样品的总氮含量分别为 9.406mgN/L 和 8.921mgN/L。

参考文献

[1] HJ 535 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法[s]