

T/QAS

青海省标准化协会团体标准

T/QAS 032—

卤水 总氮的测定 凯氏定氮仪法

2021 年 11 月 1 日 发布 2021 年 11 月 1 日 实施

青海省标准化协会 发布

前 言

本文件依据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：肖玉萍、王培艳、马成冰、。

卤水 总氮的测定 凯氏定氮法

警示：使用本文件的人员应经培训后方能使用。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者应采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了卤水中总氮的测定方法。

本文件适用于卤水中总氮的测定；方法检出限：1.000mg/L，测定范围：1.000mg/L ~300 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在酸性介质中还原硝酸盐成铵盐，在碱性溶液中蒸馏氨，将氨用硼酸吸收液吸收，用硫酸标准滴定溶液滴定。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 硫酸；

5.2 盐酸；

5.3 无水碳酸钠；

5.4 铬粉；

5.5 氢氧化钠（400g/L）：400 g 氢氧化钠溶解于 1000 mL 无氮蒸馏水中；

5.6 甲基红、溴甲酚绿混合指示剂（配置方法：称取 0.1g 甲基红，用无水乙醇定容至 100mL；称取 0.1g 溴甲酚绿，用无水乙醇定容至 100mL；一份甲基红乙醇溶液和五分溴甲酚绿溶液临用时混合；

5.7 硼酸吸收液 (20 g/L)：分析纯硼酸 40g 溶解于 2000 mL 无氮蒸馏水中，混合指示剂与硼酸溶液按 1: 100 混合，例如：10 mL 指示剂加入 1000 mL 硼酸溶液中；

5.8 硫酸标准滴定溶液 (0.100 mol/L)：移取 3mL 浓硫酸，用蒸馏水稀释并定容至 1000mL 容量瓶，摇匀，再吸取 100mL 至 500 mL 容量瓶中，定容，摇匀，用无水碳酸钠标定。

6 仪器设备

6.1 全自动凯氏定氮仪：K1160。

6.2 石墨消解仪 (SH220F)：温度可控制在 340℃±5℃ 范围内；

6.3 消化管，容积约 350mL。

7 试样

试样保存在蜡封的聚四氟乙烯瓶中。

8 分析步骤

8.1 硫酸标准滴定溶液的标定

称取 0.19g 270℃~300℃ 烘 3~4 小时的无水碳酸钠四份于 250 mL 三角瓶中，加 50mL 蒸馏水，3~5 滴混合指示剂，用硫酸标准滴定溶液滴至红色，煮沸，微沸 1~2 分钟，再滴至红色为终点，同时做空白实验，按公式 (1) 计算标准滴定液的浓度：

$$c(1/2H_2SO_4) = \frac{m}{0.05299 \times V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c (1/2H₂SO₄) —硫酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

m—称取无水碳酸钠的质量，g；

V—滴定用去硫酸溶液的体积，mL；

0.05299—与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 (c (1/2H₂SO₄) = 1.000 mol/L) 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

8.2 样品的测定

移取 20mL 样品于消化管中，加入 0.5 g 铬粉，用少量水冲洗管壁，将消化管置于通风橱中，加 5 mL 盐酸，在室温下至少静置 5min，不超过 10min。置消化管于已升温到 300℃ 的消化管中，插上梨形玻璃漏斗，加热至煮沸后 3~5 min，注意不能蒸干，冷却，冲洗漏斗及消化管壁。设定加氢氧化钠溶液的量 30 mL，硼酸吸收液为 40 mL，将消化管置于自动定氮仪上进行蒸馏、滴定。

9 数据处理

根据样品滴定体积，按公式 (2) 计算样品中总氮的浓度。

$$\rho = \frac{C \times (V - V_0) \times 14.0067 \times 1000}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ—样品中总氮的浓度，mg/L；

C—硫酸标准滴定液的浓度，mol/L；

V—滴定体积，mL；

V₀—空白滴定体积，mL；

V₁—所取样品体积，mL

14.0067—氮离子摩尔质量（g/mol）

结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

10 质量控制

10.1 准确度控制

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%~110%，超出此范围判定为不合格。加标回收率按公式（2）计算：

$$P = \frac{X_1 - X_0}{X} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

P—回收率，%；

X₁—加标试样测定值，mg/L；

X₀—试样测定值，mg/L；

X—加标量，mg/L。

10.2 精密度控制

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查分析样。重复分析相对偏差允许限依据公式（3）计算：

$$Y = 11CX^{-0.28} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—重复分析相对偏差允许限系数，参照DZ/T 0130取C=1.5；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

10.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，除不加试样外，按同步操作步骤，使用同样的试剂，进行平行操作。

11 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。