

用自动凯氏定氮仪测定高塔尿基复合肥中的氮含量

李天祥¹, 陈 晨¹, 胡 宏²

(1. 贵州大学化学与化工学院, 贵州 贵阳 550003;
2. 瓮福(集团)有限责任公司, 贵州 福泉 550501)

摘 要:采用自动凯氏定氮仪测定高塔尿基复合肥中的氮含量,通过实验得出含氮量 50~100 mg 的复合肥样品消化时硫酸的最佳加入量为 10~15 mL,并通过测定分析尿素的氮含量、测定高塔尿基复合肥中氮含量的精密度实验、加标回收率实验检验了该方法的准确性。

关键词:凯氏定氮仪;尿基高塔复合肥;氮含量;检验

中图分类号:TQ440.72 **文献标识码:**B **文章编号:**1009-1904(2010)04-0046-03

高塔尿基复合肥是颗粒均匀光滑、有熔化孔、不易结块的新型复合肥,尽管在价格上比普通化肥高,却受到农民的特别喜爱。因此,氮含量的准确、快速测定成为高塔尿基复合肥的主要检验项目,是企业保证产品质量、管理部门加强质量监管的重要依据。GB/T 8572-2001《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》中所采用的蒸馏法是测定氮的标准方法,准确可靠、应用范围广;但存在步骤繁琐、耗时长、效率低的问题。本文采用多孔消化仪进行消化,可同时消化 10 个样品,利用自动凯氏定氮仪蒸馏测定高塔尿基复合肥中的氮含量,消化过程参数稳定易控制,加碱蒸馏过程仅需 7~8 min,大大提高了检验速度和准确度。

说明该方法准确性很高,能够满足测定要求。

3 结论

近几年我公司对 ICP-OES 光谱法的实践应用,不仅长期用作复混肥的生产控制,还应用于磷酸铵、磷酸(食品级磷酸)以及硫酸铵中的磷、钾、硫等测定。该方法快速准确,对于低含量元素的测定稳定、可靠。对高含量元素测定通过对其样品作处理,得出结果也与国标法的相吻合。本实验中的标准工作溶液若使用优级纯以上标准物质,测定样品的同时再测定元素相同且含量相近的标准样品,若得出标准样品的结果符合,则样品的结果也是可靠的。对于出厂产品的检验,本方法也是可行的。目前,ICP-OES 等离子发射光谱仪已经应用于很多的磷肥与复肥企业,该方法已日趋成熟,ICP-OES 等离

1 实验部分

1.1 实验原理

自动凯氏定氮仪测定原理与 GB/T 8572-2001 规定的相同,针对酰胺态氮,用浓硫酸消化,将酰胺态氮转化为铵盐,从碱性溶液中蒸馏氨。将氨吸收在过量硫酸溶液中,在甲基红-亚甲基蓝混合指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定^[1]。

1.2 仪器和试剂

本实验采用自动凯氏定氮仪(SKD-100,上海沛欧分析仪器有限公司生产)、多孔消化仪、碱式滴定管等实验室常用仪器。

所用试剂有氢氧化钠溶液(400 g/L)、硫酸溶液

子光谱技术的进一步发展和推广将为磷肥与复肥行业发展带来极大的经济效益。

参考文献:

- [1] 马爱枝,白玉萍,王金娥. ICP 等离子发射光谱仪测量复混肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼的含量[J]. 分析仪器, 2007, (3): 40~42.
- [2] 孙丰全,陈 虹. ICP-AES 测定钾石盐中钾、钠、钙和镁的含量[J]. 光谱实验室, 2008, (4): 25~27.
- [3] HGK 2843-1977. 化学产品化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示溶液[S].
- [4] GB 15063-2001. 复混肥料(复合肥料)[S].
- [5] 肖昭蓉,童成举,董迈青. ICP-AES 测定钾石盐中的硫酸根离子[J]. 光谱实验室, 2009, (2): 26~28.

作者简介:张金菊(1976-),女,贵州息烽人,质量工程师,长期从事化学检验工作。联系电话:13638046862,邮箱:896957490@qq.com。

(收稿日期:2010-05-05)

(0.5 mol/L)、氢氧化钠标准滴定溶液(0.5 mol/L)、甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。

1.3 实验步骤

1.3.1 高塔尿基复合肥试样

从制备好的高塔尿基复合肥试样中称取含氮量50~100 mg的试样置于消化管中,加入15 mL硫酸溶液,置于多孔消化仪装置中,消化15 min,冷却至常温,加入100 mL蒸馏水稀释;添加氢氧化钠溶液在自动凯氏定氮仪内进行蒸馏,加碱时间11 s(约100 mL),蒸馏7 min。用移液管吸取50 mL硫酸溶液于250 mL三角锥瓶中,加入3~5滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂;蒸馏过程结束后用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸至混合指示剂呈现灰绿色为终点,记录消耗标准滴定溶液的体积。

1.3.2 空白试样

除不加试样外,其他步骤同试样的测定。

2 结果与分析

2.1 硫酸用量对高塔尿基复合肥中氮含量测定的影响

由于自动凯氏定氮仪所使用的消化管总体积约为300 mL,且蒸馏过程中会带入蒸馏水(蒸馏7 min约带入50 mL),因此在保证酰胺态氮完全转化的情况下,可适当减少硫酸的用量。本文对不同硫酸用量对高塔尿基复合肥中氮含量 $w(N)$ 测定的影响进行实验^[2]。结果见表1。

表1显示,当硫酸用量小于5 mL时,无法满足消化过程中所需要的酸用量,造成结果偏低;当硫酸用量大于20 mL时,由于硫酸剩余过量,加入氢氧化钠溶液时会引起剧烈的强酸、强碱中和反应,导致大量放热,瞬间产生大量氨气无法完全冷凝吸收,造成结果偏低。因此,硫酸用量在10~15 mL时为最佳值。

2.2 准确性实验

用自动凯氏定氮仪测定分析纯尿素中的总含氮量,以验证方法的准确性。结果见表2。

表2显示,自动凯氏定氮仪测定分析尿素中总氮含量结果与标准物值相一致。

2.3 自动凯氏定氮仪测定高塔尿基复合肥中总氮含量的精密度实验

为进一步验证用凯氏定氮仪测定总氮含量的可行性,再选取5个样品进行精密度实验^[3]。结果见

表3。

表1 硫酸用量对高塔尿基复合肥中氮含量测定的影响

测定方法	硫酸用量/mL	试样质量/g	$w(N)/\%$	与国标法的绝对偏差/ $\%$
GB/T 8572-2001	25	0.531 1	21.67%	
凯氏定氮仪	5	0.558 0	21.16%	0.51%
凯氏定氮仪	10	0.525 1	21.65%	0.02%
凯氏定氮仪	15	0.564 4	21.63%	0.04%
凯氏定氮仪	20	0.572 2	21.40%	0.27%
凯氏定氮仪	25	0.508 0	21.36%	0.31%
凯氏定氮仪	30	0.523 0	20.90%	0.77%

表2 尿素中总氮含量 $w(N)$ 的分析结果

检验值1	检验值2	检验值3	平均值	标准物值
46.20%	46.17%	46.19%	46.19%	$\geq 46.19\%$

表3 测定高塔尿基复合肥中总氮含量 $w(N)$ 的精密度的实验结果

样品号	总氮含量平行测定值					平均值	极差	国标测定值	与国标法的绝对误差
	1	2	3	4	5				
#2	6.33	6.31	6.30	6.39	6.33	6.33	0.09	6.36	0.03
#3	10.08	10.02	10.10	10.03	10.00	10.05	0.10	10.04	0.01
#4	18.72	18.75	18.77	18.69	18.70	18.73	0.08	18.80	0.07
#5	20.16	20.12	20.08	20.08	20.10	20.11	0.08	20.20	0.09
#6	24.42	24.38	24.40	24.38	24.50	24.42	0.12	24.53	0.11

注:#1样品用作按国标GB/T 8572-2001方法测定氮含量。

由表3可知,利用自动凯氏定氮仪测定总氮含量的结果极差均小于0.12%,与国标法测定值的绝对误差均小于0.11%,说明自动凯氏定氮仪测定高塔尿基复合肥中总氮含量是准确、可靠的。

2.4 加标回收率的测定

利用加标回收率的方法检验检测结果的准确性。高塔尿基复合肥中 $w(N)$ 为21.63%,加入标准物的 $w(N)$ 为45.93%。结果见表4。

表4 加标回收率的测定结果

$m(\text{样品 N})/\text{mg}$	$m(\text{标准物 N})/\text{mg}$	$m(\text{加标物 N})/\text{mg}$		回收率/ $\%$
		理论值	实测值	
63.510	15.980	79.490	79.670	101.13%
36.835	20.622	57.457	57.350	99.48%
41.248	28.890	70.138	69.941	99.32%
44.147	38.352	82.499	82.342	99.59%
39.669	46.940	86.609	86.764	100.33%

注:回收率为加标物N实测值与样品N质量之差再除以标准物N质量,其结果以百分数计。

浅谈如何提高项目管理水平

肖 红, 丁云朋

(东华工程科技股份有限公司, 安徽 合肥 230024)

中图分类号: TU71 文献标识码: C 文章编号: 1009-1904(2010)04-0048-04

1 概述

项目是工程公司生存的基础, 工程公司以提高建设项目效益、圆满完成合同任务为主要目标。工程公司要想做大做强, 一靠先进技术、二靠科学管理, 而先进技术需要通过科学管理来组织和实现。因而项目管理就成为工程公司的工作中心。提高项目管理水平, 为用户提供满意工程产品, 是工程公司在市场竞争中求得生存和发展的必要条件。

工程公司一旦与用户签订了工程总承包合同, 项目经理作为公司法人代表在工程项目上的全权代理人, 必须严格执行合同, 按合同签订的承包工作范围、内容和约定的建设工期、质量标准、投资限额全面完成项目建设任务, 使业主满意, 并完成公司规定的效益目标。这就要求项目经理充分利用公司各方面资源, 全方位提高项目管理水平。

2 精心策划, 构建项目管理框架

成功策划是项目成功的一半。项目策划涉及到项目的全部工作, 包括确定工作的范围、手段、方法, 项目组织机构的建立, 编制项目进度计划, 创造开展工作的条件等。

由表 4 可知, 自动凯氏定氮仪检测高塔尿基复合肥的加标回收率范围在 99% ~ 102% 之间, 具有很高的准确性。

3 讨论

综上所述, 自动凯氏定氮仪检测高塔尿基复合肥的总氮含量是准确可靠的, 并且具有消化样品数多、蒸馏时间短、准确性高、操作便捷等一系列优势。自动凯氏定氮仪的检测原理来源于国标, 以国标法为依据, 在测定高塔尿基复合肥的总氮含量时是很值得采用的。

1、确定项目组织机构和项目组成员

为了保证项目各项任务能有效地按合同规定的指标按期完成, 项目经理必须组建一个精干、高效的项目组。对一个 EPC 总承包项目, 应配备项目控制经理, 质量经理, 设计、采购、施工、开车经理等项目管理人员, 根据项目的内容和范围, 配备各专业负责人、项目工程师等协调层人员和各专业设计、采购、施工、开车等具体的作业人员。

2、编制项目计划

项目计划是项目经理对项目实施的总的策划, 是对项目工作的总体构思和安排。要确定项目目标、工作原则、工作重点、工作程序和方法。首先编制项目管理计划, 提出对合同的研究意见, 项目在技术和商务方面的可靠性和风险, 以及项目进度、费用、质量、材料控制的原则和方法等。经公司批准后再编制详细的项目实施计划, 主要内容包括项目实施的基本原则, 项目实施要点以及项目设计、采购、施工、开车各阶段进度计划。该项目计划是项目今后工作的指导性文件。

3、项目的质量策划

项目的质量策划是项目策划的主要组成部分, 应全面考虑到影响项目质量的各方面的所有工作。

参考文献:

- [1] 国家质量监督检验检疫总局. GB 15063-2001. 复混肥料(复合肥料)[S].
- [2] 孙又宁, 保万魁, 余梅玲. 半自动定氮仪测定肥料中总氮含量的研究[J]. 中国土壤与肥料, 2008(4): 69-72.
- [3] 陈洁红, 邱颂方, 梁嘉敏. 凯氏定氮仪在复混肥料总氮含量测定中的运用[J]. 广东化工, 2008, 35(5): 103-105.

作者简介: 陈 晨(1985-), 女, 山东阳信人, 硕士研究生, 主要从事磷化工方面的研究; 通讯联系人: 胡 宏(1978-), 男, 高级工程师, 瓮福集团技术开发中心在读博士研究生, 主要从事磷化工及废弃物资源化方面的研究, 联系方式: 13765790628, huhong-9@163.com。

(收稿日期: 2010-05-20)