



凯氏定氮仪空白值大小的分析

在用凯氏方法测量样品中的氮含量或蛋白质含量的大小时，首先要测量空白值，对于凯氏定氮的原理，理论上空白值的大小对结果没有任何影响，因为样品的含量是最终扣除了空白值，但在实际分析过程中，任何测量都是有误差的，空白的滴定体积和样品的滴定体积误差都代入计算公式中，如果空白的滴定体积较大，那么空白的误差也就大一些，计算出来的结果也就大一些。控制空白滴定体积的大小可以有助于提高分析结果的准确性，凯氏定氮仪一般要求空白的滴定体积在 0.2ml 以下，最好在 0.1ml 以内。空白值的大小与下列因素有关：

1. 接收液硼酸的浓度：甲基红和溴甲酚绿的变色点是 4.7，硼酸的浓度越高，蒸馏完毕后 PH 值越低，空白值也越小。
2. 混合指示剂的浓度：每 10 升硼酸溶液中加入 100ml 混合指示剂，混合指示剂的浓度为：0.07 克甲基红+0.1 克溴甲酚绿/100ml，甲基红的含量直径影响空白值，部分未溶解的甲基红会导致空白值变大。
3. 接收液硼酸的体积：接收杯中，添加不同体积的硼酸，最终的空白值也不一样。
4. 蒸馏时间：水的 PH 值是 7.0，蒸馏时间越长，收集到的冷凝水就越多，蒸馏完毕后 PH 值越高，空白值也越大。
5. 水的酸碱度：理论上水的 PH 值是 7.0，但不同地方，水的酸碱度都不一样，因而空白值也不一样。
6. 浓硫酸的纯度：消化样品使用的浓硫酸纯度不够，含有杂质，也



会引起空白值变大。

7. 催化剂硫酸铜: 消化样品使用的硫酸铜是带有 5 个结晶水, 如使用无水硫酸铜也会引起空白值变大。

由于接收液引起的空白值偏大, 可以通过调整接收液的 PH 值来调整空白滴定体积, 即在配制的硼酸溶液中加入少量的盐酸或者 NaOH; 如空白滴定体积很大, 应加入少量的盐酸, 空白值就会变小; 对于浓硫酸杂质和催化剂引起的空白值偏大, 只能通过更换新的试剂来解决。

瑞典 OPSIS 公司的全自动凯氏定氮仪 KD-310 一般采用 1% 的硼酸作为接收液, 体积为 30ml; 配置比例为: 0.07 克甲基红+0.1 克溴甲酚绿用无水乙醇或 95% 酒精溶解并定容到 100 毫升, 每 1000 毫升 1% H_3BO_3 溶液加 10 毫升混合指示剂; 如果实验条件都合适, 空白的滴定体积控制在: 0.010ml 到 0.080ml, 以达到最佳的分析精度; 如果空白的滴定体积为 0.000ml, 实际可能为负值, 请重新测定空白值。

嘉盛（香港）科技有限公司

2017-3-26