

吴刚, 张兆法, 宋凡, 等. 石墨消解仪 – 自动定氮法测定植物果实中的全氮[J]. 岩矿测试, 2020, 39(2): 311 – 317.
WU Gang, ZHANG Zhao – fa, SONG Fan, et al. Determination of Total Nitrogen in Plant Fruits by Graphite Digestion Apparatus and Automatic Azotometer[J]. Rock and Mineral Analysis, 2020, 39(2): 311 – 317.
【DOI: 10. 15898/j. cnki. 11 – 2131/td. 201903260037】

石墨消解仪 – 自动定氮法测定植物果实中的全氮

吴刚, 张兆法*, 宋凡, 刘显, 马会春, 庞雪敏, 张佳林, 柳燕云
(河北省地质实验测试中心, 河北 保定 071000)

摘要: 通过测定植物果实中的氮元素含量, 能够掌握植物生长状况, 为提高优质果实的产量提供重要信息。目前分析测试植物果实中全氮的方法为传统凯氏定氮法, 主要步骤为消解、蒸馏和滴定, 消解时间约 90min, 蒸馏滴定时间约 10 ~ 20min, 分析测定过程较为繁琐, 容易产生人为误差, 不适于大批量植物果实样品的分析检测。为了缩短植物果实样品全氮的分析测定时间、提高工作效率, 避免人为误差以及解决消解过程中样品飞溅和白烟逸出的问题, 本文使用石墨消解仪对样品进行消解, 加入浓硫酸和催化剂并加盖回流塞, 使用全自动定氮仪进行分析测定, 消解过程中样品不发生损失, 白烟不逸出, 消解时间约 50min, 蒸馏时间约 3min, 试剂消耗量小, 相对误差和相对标准偏差均小于 5%。本文建立的方法能够满足实验室快速、准确检测大批量植物样品中全氮的分析需求, 已在中国地质调查局地调招标项目和河北省农用地土壤污染状况详查项目中得到了应用。

关键词: 植物果实; 全氮; 浓硫酸; 石墨消解仪; 凯氏定氮法; 自动滴定

要点:

- (1) 解决了植物果实全氮分析前处理中存在的样品飞溅、白烟逸出等问题。
- (2) 将石墨消解仪消解和全自动定氮仪分析测定有机地结合起来。
- (3) 应用于植物果实全氮分析的实际工作中, 提高了工作效率。

中图分类号: O652.4 **文献标识码:** B

大量研究表明, 氮元素是植物树体正常生长发育以及生产优质果实的根本, 氮元素的含量直接影响植物生长健康状况和优质果实的产量, 是衡量植物果实产品质量的重要指标^[1-5]。分析检测植物果实中的氮元素, 能够掌握植物果实中氮元素的含量情况, 根据氮元素的含量采取相应的技术手段有助于确保植物健康生长, 提高优质果实的产量。

目前分析测定植物中全氮的方法为传统凯氏定氮法^[6-9], 该方法应用于食品、土壤样品等多个领域^[10-14], 能够测定全氮的含量。传统凯氏定氮法使用的主要仪器为消化炉和凯氏定氮仪, 消化炉用于样品消解, 凯氏定氮仪用于测定化合物或混合物中

的总氮^[15-16]。消化炉虽然加热消解设备成本低, 但消解时间长, 加热不均匀, 加热温度不易控制, 如果升温过快会导致样品飞溅或白烟逸出, 导致测试结果偏低, 而且在样品处理过程中需要现场观察。凯氏定氮仪需要人工操作的环节较多, 自动化程度较低。传统凯氏定氮法虽应用比较广泛, 但分析流程耗时长, 消解时间约 90min, 蒸馏时间约 10 ~ 20min, 并且容易产生人为误差, 人力与物力的消耗较大^[17]。

石墨消解仪^[18]加热均匀, 可以通过数字显示面板对温度进行控制, 能防止样品飞溅, 节省人力和时间成本。全自动定氮仪可以提高工作效率、减少劳

收稿日期: 2019 – 03 – 26; 修回日期: 2019 – 06 – 04; 接受日期: 2019 – 07 – 16
基金项目: 河北省自然科学基金项目“京津冀偏远山区大气金属沉降监测的地衣筛选”(C2014201032)
作者简介: 吴刚, 硕士, 化学工程专业。E – mail: 287665324@qq. com。
通信作者: 张兆法, 高级工程师, 化学师资专业。E – mail: leddier@tom. com。

动强度并且能减少分析测定过程中的人为误差,确保测试结果真实、准确^[19],多应用于食品、化肥等样品中氮元素的分析测定^[20-21]。本文使用石墨消解仪对植物果实样品进行预处理,使用全自动定氮仪分析测定全氮含量,通过研究称样量、样品消解温度和消解时间、自动定氮仪的蒸馏时间等因素对全氮测定结果的影响,确定了最佳的分析测试条件及测试流程,建立了采用石墨消解仪消解,全自动定氮仪测定植物果实中全氮的分析测试方法。

1 实验部分

1.1 仪器

GM200 植物样品破碎机(德国 Retsch 公司);SH220F 石墨消解仪(济南海能仪器股份有限公司);K1100F 全自动凯氏定氮仪(济南海能仪器股份有限公司)。

1.2 标准溶液和主要试剂

盐酸标准滴定溶液:参照 GB/T 601—2002《化学试剂 标准滴定溶液的制备》配制,按规定量取盐酸,注入 1000mL 水中,摇匀。

标准溶液的标定:按规定称取已于 270 ~ 300℃ 高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠,溶于 50mL 水中,加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红指示液,用配制好的盐酸滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

40% 氢氧化钠溶液:称取 400g 氢氧化钠(分析纯),溶于水,用水稀释至 1000mL。

2% 硼酸溶液:称取 20g 硼酸(分析纯),溶于水,用水稀释至 1000mL。

甲基红 - 溴甲酚绿指示液:参照 GB/T 603—2002《化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备》制备溶液 I 和溶液 II。溶液 I 制备方法:称取 0.1g 溴甲酚绿,溶于 95% 乙醇中,用 95% 乙醇稀释至 100mL。溶液 II 制备方法:称取 0.2g 甲基红,溶于 95% 乙醇中,用 95% 乙醇稀释至 100mL。取 30mL 溶液 I 和 10mL 溶液 II 混匀制备成指示液。

催化剂:硫酸钾 - 无水硫酸铜(10 : 1,质量比)。

浓硫酸:分析纯。

1.3 实验样品

实验样品选用苹果、柑橘、圆白菜、茶叶、葡萄等多种植物果实,这些样品的氮含量跨度范围较大,具有代表性。

国家标准物质 GBW10019(苹果)、GBW10020(柑橘)、GBW10014(圆白菜)、GBW10016(茶叶);新鲜葡萄果实(样品编号为 A、B、C);苹果、柑橘、圆白菜实际样品。

1.4 实验步骤

1.4.1 样品加工

将新鲜植物果实样品使用蒸馏水反复清洗干净,置于 GM200 植物样品破碎机中进行处理并且充分混匀,置于纯净容器中待取样。

1.4.2 样品消解

称取 0.20g 已破碎的植物果实样品置于消化管内,加 2g 硫酸钾和硫酸铜混合催化剂,加 10mL 浓硫酸,加盖与消化管配套的回流塞,放置于石墨消解仪上。将石墨消解仪设定消解温度为 400℃,共消解 50min。消解完全的样品溶液呈澄清的蓝绿色,此时样品消解完全。

1.4.3 蒸馏滴定

将消解完全的样品静置冷却至室温,然后开始蒸馏,蒸馏滴定全部由自动定氮仪完成。将 40% 氢氧化钠溶液、蒸馏水、硼酸、甲基红 - 溴甲酚绿指示液分别加入自动定氮仪相应的装置内。打开自动定氮仪和循环冷却水,将与自动定氮仪配套的消化管安置于自动定氮仪相应的位置上。设置参数,选择常规分析,根据实际设置样品称样量(本实验称样量为 0.20g),设置加入硼酸与甲基红 - 溴甲酚绿指示液的体积为 15mL,加入氢氧化钠溶液的体积为 40mL,蒸馏时间为 3min,盐酸滴定液浓度为 0.0257mol/L,点击确定,即开始蒸馏。接下来自动定氮仪会根据设置的参数加入相应的溶液,在消化管内蒸馏,蒸汽经过自动定氮仪内部的冷凝系统 3min 后蒸馏完成,仪器显示面板上会显示消耗盐酸滴定体积和含氮量,即完成了此样品的蒸馏滴定。

2 结果与讨论

2.1 称样量的选择

一般来说,样品的称样量会依照样品含氮量和均匀程度来定。减少称样量可以缩短消解时间,在保证样品均匀的情况下,适当增加称样量可以减少系统误差,提高实验准确性。当称样量过大时,耗氧量则会增加,试样可能会因反应不充分导致系统误差增大^[22]。随着称样量的增加,消解过程中需要更多的浓硫酸,会增加实验成本和环境污染^[23]。所以,实验过程中将称样量控制在合理的范围内非常重要。

由图 1 可以看出,随着称样量的增加,在其他影响因素保持一致时,称样量在 0.20 ~ 1.00g 时,消解的效果最好,全氮的测定值相对稳定。当称样量超过 1.00g 时,随着样品称取质量的增加,全氮的测定值有明显的下降趋势,尤其对氮含量大于 20000 mg/kg 的样品,下降更加明显。故本实验为确保分析测定结果的准确性,称样量控制在 0.20 ~ 1.00g 之间,比传统方法的称样量小了 0.3 ~ 1g,缩短了反应时间,减少了成本消耗和对环境的污染。

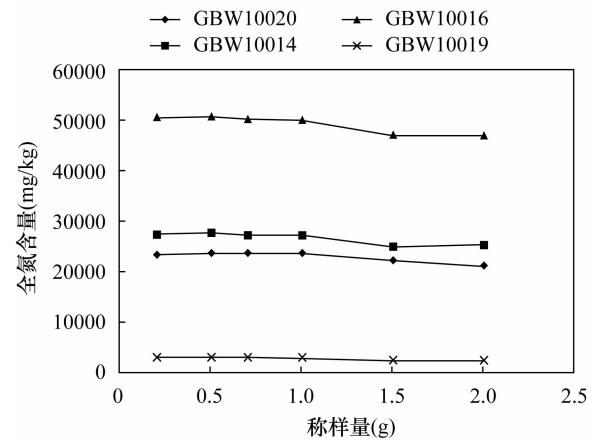


图 1 样品称样量对全氮测定值的影响

Fig. 1 Effect of sample weight on analytical results of total nitrogen

2.2 消解温度和消解时间的选择

在确定样品的称样量之后,消解仪设置的消解温度和消解时间是实现批量消解样品、提高分析效率的重要指标^[24]。将称样量为 0.20g 的 5 个植物样国家标准物质用石墨消解仪进行消解,石墨消解仪设置温度分别为 320℃、350℃、400℃、450℃。

石墨消解仪加热快、保温性好,能够保证反应所需要的温度。催化剂和浓硫酸都是足够能使样品充分发生反应。在样品消解过程中,当温度较低时,消解反应不完全而导致结果偏低;当温度较高时,生成的硫酸氢铵也会分解,释放出氨而造成损失,使氮的测定值偏低^[25]。同时,与石墨消解仪配套的消化管较长,加盖防止白烟逸出的回流塞,能够有效控制反应产生的白烟在管内的回流。

通过比较不同消解温度下氮的测定结果(表 1)可知,在 400℃ 时国家标准物质中氮的测定值与其认定值的相对误差在不确定度范围内,说明 400℃ 是最佳的消解温度。

通过上述实验,可以看出样品消解的最佳温度

表 1 石墨消解仪不同温度下全氮的测试结果

Table 1 Analytical results of total nitrogen digested by graphite digestion apparatus at different temperatures

样品	全氮含量测定值(mg/kg)				全氮含量认定值 (mg/kg)
	320℃	350℃	400℃	450℃	
GBW10019	2739	2840	3098	2842	3100
GBW10020	20630	22400	24747	22681	24700
GBW10014	22043	25860	28002	25896	28000
GBW10016	38074	47210	50046	47063	51000
样品 A	1517	1704	1852	1712	-
样品 B	762	998	1092	991	-
样品 C	1411	1658	1802	1703	-

为 400℃,在确定消解温度后,进一步对消解时间进行研究。由图 2a 可知,消解时间 < 50min 时,随着消解时间的延长,全氮的测定值也随之增加;当消解时间在 50 ~ 70min 之间时,全氮的分析测定结果并无明显差异。根据陈春霏等^[26]和李玉华等^[27]研究得知,消解时间过长,硫酸的大量消耗容易使硫酸氢铵分解,同时消解时间过长还可能致使溶液蒸干生

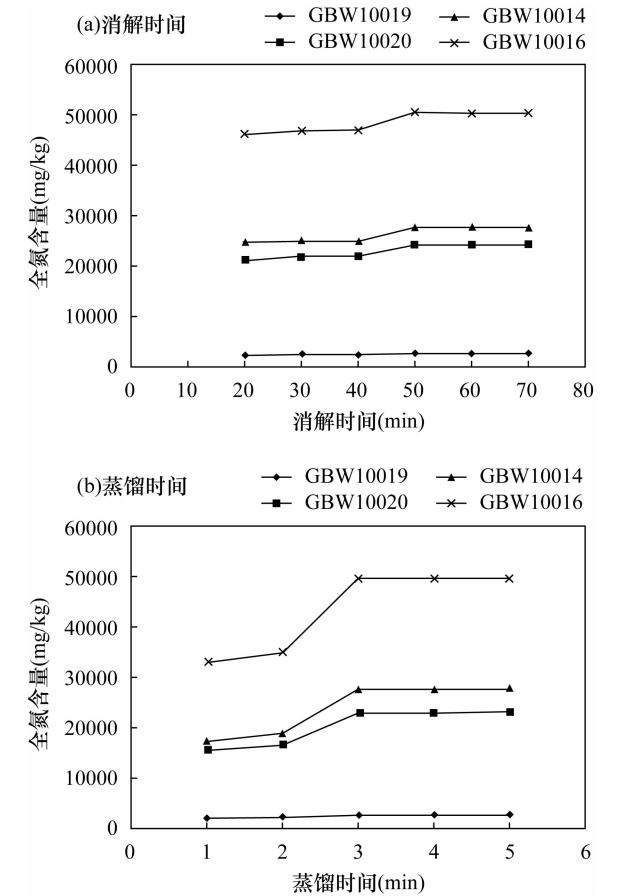


图 2 消解时间(a)和蒸馏时间(b)对全氮测定结果的影响

Fig. 2 Effect of digestion time (a) and distillation time (b) on the analytical results of total nitrogen

成难以蒸馏的物质,导致氮的测定结果偏低。同时,反应产生的废液也会更多,对环境造成污染。因此,为了节约成本和保护环境,分析测试中的消解时间控制在 50min 左右为佳,与传统方法所需的时间 90min 相比,有效缩短了消解时间。

2.3 蒸馏时间的选择

在确定最佳消解温度和消解时间后,影响分析测试时间成本的另一个因素则是蒸馏滴定时间。传统定氮法的蒸馏时间是根据观察样品的颜色变化来判断的,蒸馏滴定一个样品的时间大约在 10 ~ 15min。全自动定氮仪蒸馏样品的过程全部在全自动定氮仪内部完成,不仅能够缩短蒸馏时间^[28],还可以避免样品在流转过程中产生的误差^[29],且蒸馏的重现性和蒸馏效率均明显提高^[30]。

蒸馏时间对分析测试结果有直接的影响^[31]。当蒸馏时间太短,样品中的氮没有完全蒸馏出来,会导致测试结果偏低;当蒸馏时间过长,则会浪费人力物力。因此,确定合适的蒸馏时间是十分必要的。由图 2b 可以看出,当蒸馏时间控制在 1 ~ 2min 时,氮的测定值偏低,这是因为蒸馏不完全造成的;而当蒸馏时间控制在 3 ~ 5min 时,氮的测定值趋于稳定。为了减少时间和人力物力成本,在称样量为 0.20g、消解温度为 400℃、消解时间为 50min 的条件下,全自动定氮仪的蒸馏时间设定为 3min,比传统定氮法的蒸馏时间缩短将近 7 ~ 17min。

2.4 方法准确度和精密度

采用石墨消解仪消解,自动定氮仪对标准物质 GBW10019、GBW10020、GBW10014、GBW10016 进行 12 次分析测定,考察测量方法的精密度和准确度,测试结果列于表 2。该方法的相对误差小于 5%,相对标准偏差(RSD)小于 5%,准确度和精密度均优于行业标准 NY/T 2419—2013 规定的相关技术要求。

3 结论

传统凯氏定氮法的分析流程繁琐、测试时间长、消耗的人力物力和时间成本较大。传统的消解方式难以精准地控制温度,样品容易在加热过程中飞溅,导致测试结果偏低。本文建立了石墨消解仪消解,全自动定氮法测定植物果实样品中全氮的分析测试体系,简化了分析测试流程,缩短了分析时间,提高了准确度和精密度。加盖回流塞防止了样品飞溅,有效减少了人为误差,能满足实验室快速、准确检测大批量植物果实样品中全氮的需求。

表 2 准确度和精密度实验

Table 2 Accuracy and precision tests of the method

标准物质 编号	全氮含量 (mg/kg)			相对误差 (%)	RSD (%)
	认定值	12 次测定值	平均值		
GBW10019	3100	3043 3050 3028 3115	3069	-1.00	0.8
		3070 3099 3052 3070			
		3058 3098 3059 3089			
GBW10020	24700	24110 24005 24747 24608	24414	-1.16	1.3
		24284 24162 24114 24152			
		24692 24851 24845 24398			
GBW10014	28000	27838 27785 27461 28208	28049	0.18	1.7
		28796 27900 28796 27873			
		27567 28708 27658 28002			
GBW10016	51000	50926 51195 50264 50538	50594	-0.80	0.6
		50541 50523 50541 50650			
		50046 50770 50782 50356			

本实验方法在样品消解过程中,能够通过石墨消解仪控制消解温度,但由于凯氏定氮瓶并不是完全封闭的容器,其消解效果有待提高,今后可以考虑采用密闭容器来解决该问题。

4 参考文献

[1] 赵平,孙谷畴,彭少麟.植物氮素营养的生理生态学研究[J].生态科学,1998(2):39-44.
Zhao P,Sun G C,Peng S L.Ecophysiological research on nitrogen nutrition of plant[J].Ecologic Science,1998(2):39-44.

[2] 张敬敏,桑茂鹏,朱哲,等.植物对氨基酸的吸收研究进展[J].氨基酸和生物资源,2013,35(2):19-22.
Zhang J M,Sang M P,Zhu Z,et al.Progress on the amino acid absorption of plant[J].Amino Acids and Biotic Resources,2013,35(2):19-22.

[3] 杨成,贺华中,罗绪强,等.大气污染影响下凯里植物氮、硫含量分析[J].环境监测管理与技术,2012,24(3):52-55.
Yang C,He H Z,Luo X Q,et al.Analysis on nitrogen and sulphur contents in plant leaves under air pollution in Kaili,Guizhou[J].The Administration and Technique of Environmental Monitoring,2012,24(3):52-55.

[4] 周显骥.巨峰葡萄施氮技术研究[J].湖南农业大学学报,1999(3):188-190.
Zhou X J.Studies on application of nitrogen to Jufeng grape[J].Journal of Hunan Agricultural University,1999(3):188-190.

[5] 蒋万峰,崔永峰,张卫东,等.无核白葡萄叶内矿质元素含量年生长季内的变化[J].西北农林科技大学学报(自然科学版),2005(8):91-95.

- Jiang W F, Cui Y F, Zhang W D, et al. Annual changes of mineral elements in foliar of thompsons seedless [J]. Journal of Northwest Agriculture and Forest University (Natural Science Edition), 2005(8): 91-95.
- [6] 武丽艳, 郑翼腾, 吴勇, 等. 凯氏定氮装置的改进[J]. 化学通报, 2008, 71(2): 158-160.
- Wu L Y, Zheng Y T, Wu Y, et al. Improvements on the equipment of Kjeldahl method [J]. Chemistry Bulletin, 2008, 71(2): 158-160.
- [7] 王雅. 蛋白质测定实验的研究[J]. 实验室研究与探索, 2005(4): 58-59.
- Wang Y. Study on protein determination experiment [J]. Research and Exploration in Laboratory, 2005(4): 58-59.
- [8] 郭颖娜, 孙卫. 蛋白质含量测定方法的比较[J]. 河北化工, 2008(4): 36-37.
- Guo Y N, Sun W. Comparison of methods for determination of protein content [J]. Hebei Chemical Industry, 2008(4): 36-37.
- [9] 罗小芬. 浅谈凯氏定氮法测定蛋白质准确度的操作技巧及关键点[J]. 现代食品, 2017(19): 99-100.
- Luo X F. Talking about the operation skills and key points of determining protein accuracy by Kjeldahl method [J]. Modern Food, 2017(19): 99-100.
- [10] Jung S, Rickert D A, Deak N A, et al. Comparison of Kjeldahl and Dumas methods for determining protein contents of soybean products [J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2003, 80(12): 1169-1173.
- [11] 张泽泉, 罗翠婷, 李孔寿, 等. 凯氏定氮法蛋白质测定的改进探讨[J]. 海峡预防医学杂志, 2017, 23(1): 64-66.
- Zhang Z Q, Luo C T, Li K S, et al. Modification of protein determination by Kjeldahl method [J]. Strait Journal of Preventive Medicine, 2017, 23(1): 64-66.
- [12] 刘正, 刘亚兵, 张进, 等. 乳及乳制品中蛋白质含量的测定[J]. 农业科技与信息, 2014(7): 24-25.
- Liu Z, Liu Y B, Zhang J, et al. Determination of protein content in dairy products and dairy products [J]. Agricultural Science - Technology and Information, 2014(7): 24-25.
- [13] 曾庆庭. 半微量凯氏定氮法测定地球化学样品中全氮时的影响因素及消除方法[J]. 广东化工, 2018, 45(12): 225-226.
- Zeng Q T. The influence factors and elimination methods of the determination of nitrogen in geochemical samples by semi-micro Kjeldahl method [J]. Guangdong Chemical Industry, 2018, 45(12): 225-226.
- [14] Daun J K, Declercq D R. Comparison of combustion and Kjeldahl methods for determination of nitrogen in oilseeds [J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 1994, 71(10): 1069-1072.
- [15] 白金峰, 胡外英, 张勤, 等. 半微量凯氏法测定土壤全氮量的不确定度评定[J]. 岩矿测试, 2007, 26(1): 40-44.
- Bai J F, Hu W Y, Zhang Q, et al. Uncertainty evaluation of measurement results for the determination of total nitrogen in soil samples by semimicro Kjeldahl method [J]. Rock and Mineral Analysis, 2007, 26(1): 40-44.
- [16] 胡子峰. 凯氏定氮仪原理和校准的方法[J]. 上海计量测试, 2011, 38(3): 49-50.
- Hu Z F. Principle and calibration method of Kjeldahl nitrogen determiner [J]. Shanghai Measurement and Testing, 2011, 38(3): 49-50.
- [17] 李宇庆, 陈玲, 赵建夫. 土壤全氮测定方法的比较[J]. 广州环境科学, 2006, 21(3): 28-29.
- Li Y Q, Chen L, Zhao J F. Comparison of methods for determining total nitrogen in soil [J]. Guangzhou Environmental Sciences, 2006, 21(3): 28-29.
- [18] 刘广东, 田翠芳, 王雅菁. 石墨消解仪在测定土壤中铬的应用研究[J]. 广州化工, 2018, 46(13): 64-65.
- Liu G D, Tian C F, Wang Y J, et al. Study on application of graphite dissociator in measurement of chromium in soil [J]. Guangzhou Chemical Industry, 2018, 46(13): 64-65.
- [19] 谢小玲, 李海锋, 李雪莹, 等. 土壤全氮半微量定氮法与自动定氮仪定氮法的比较分析[J]. 生态环境学报, 2012, 21(6): 1071-1074.
- Xie X L, Li H F, Li X Y, et al. Comparison and analysis of semi-micro nitrogen determination method and automatic nitrogen determination method for soil total nitrogen [J]. Ecology and Environment Sciences, 2012, 21(6): 1071-1074.
- [20] 郑贤光, 辛若竹. 全自动凯氏定氮仪测定化肥中的含氮量[J]. 化学分析计量, 2014, 23(5): 41-43.
- Zheng X G, Xin R Z. Determination of nitrogen content of fertilizer by automatic Kjeldahl apparatus [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2014, 23(5): 41-43.
- [21] 徐新娟, 黄中文, 王伟. 全自动凯氏定氮仪测定大豆蛋白质方法的研究[J]. 黑龙江农业科学, 2016(2): 108-110.
- Xu X J, Huang Z W, Wang W. Study on the processing conditions of soybean protein sample with automatic Kjeldahl nitrogen determination apparatus [J]. Heilongjiang Agricultural Sciences, 2016(2): 108-110.
- [22] 于兆水, 胡外英, 张勤. 多目标地球化学调查土壤样

- 品中氮和碳的快速测定[J]. 岩矿测试, 2007, 26(3): 235–237.
- Yu Z S, Hu W Y, Zhang Q. Rapid determination of nitrogen and carbon in soil samples for the multi – purpose geochemical survey [J]. Rock and Mineral Analysis, 2007, 26(3): 235–237.
- [23] 栾慧, 刘红, 高一娜, 等. 土壤速效氮测定方法的改进[J]. 湖南农业科学, 2017(3): 88–89.
- Luan H, Liu H, Gao Y N, et al. Study on the determination method of soil alkali hydrolysis nitrogen [J]. Hunan Agricultural Sciences, 2017(3): 88–89.
- [24] 杨娜, 董迈青, 谢海东, 等. 应用响应曲面法优化凯氏定氮法的消解条件[J]. 岩矿测试, 2014, 33(1): 40–43.
- Yang N, Dong M Q, Xie H D, et al. Optimization of digestion conditions in the Kjeldahl method for nitrogen analysis using response surface methodology [J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33(1): 40–43.
- [25] 袁静宇. 凯氏定氮法测定玉米淀粉蛋白质含量最佳消化温度的摸索[J]. 粮食与饲料工业, 2013(11): 25–27.
- Yuan J Y. Optimum digestion temperature for determination of protein content by Kjeldahl method [J]. Cereal and Feed Industry, 2013(11): 25–27.
- [26] 陈春霏, 付洁, 梁鹏, 等. 土壤中全氮分析方法的研究进展[J]. 中国环境监测, 2018, 34(1): 112–119.
- Chen C F, Fu J, Liang P, et al. Research progress on analytical methods for total nitrogen in soil [J]. Environmental Monitoring in China, 2018, 34(1): 112–119.
- [27] 李玉华, 刘红, 陈燕芹, 等. 自动电位滴定法测定煤中氮[J]. 贵州工程应用技术学院学报, 2015, 33(6): 149–151.
- Li Y H, Liu H, Chen Y Q, et al. Automatic potentiometric titration method for the determination of nitrogen element in coal [J]. Journal of Guizhou University of Engineering Science, 2015, 33(6): 149–151.
- [28] 李杉杉. 凯氏定氮法测定蛋白质的方法分析[J]. 现代食品, 2018(21): 140–142.
- Li S S. Analysis the methods of protein determination by Kjeldahl method [J]. Modern Food, 2018(21): 140–142.
- [29] 李海锋, 李雪莹, 袁红梅. 用全自动凯氏定氮仪测定肥料中总氮含量方法探讨[J]. 广州化工, 2018, 46(10): 87–89.
- Li H F, Li X Y, Yuan H M. Determination of total nitrogen content in fertilizer by full automatic Kjeldahl nitrogen meter [J]. Guangzhou Chemical Industry, 2018, 46(10): 87–89.
- [30] 马怡飞, 张尼, 魏增, 等. 振荡交换 – 抽滤淋洗结合凯氏定氮法快速测定土壤中的阳离子交换量[J]. 岩矿测试, 2019, 38(1): 129–135.
- Ma Y F, Zhang N, Wei Z, et al. Rapid determination of soil cation exchange capacity by automatic Kjeldahl analyzer after oscillating exchange and suction filtration [J]. Rock and Mineral Analysis, 2019, 38(1): 129–135.
- [31] 湛国莲, 徐小艳. 一种新型半微量凯氏定氮仪在本科实验教学中的开发应用[J]. 实验室科学, 2018, 21(6): 171–174.
- Chen G L, Xu X Y. Development and application of a new semi – micro Kjeldahl nitrogen – fixation instrument in undergraduate experimental teaching [J]. Laboratory Science, 2018, 21(6): 171–174.

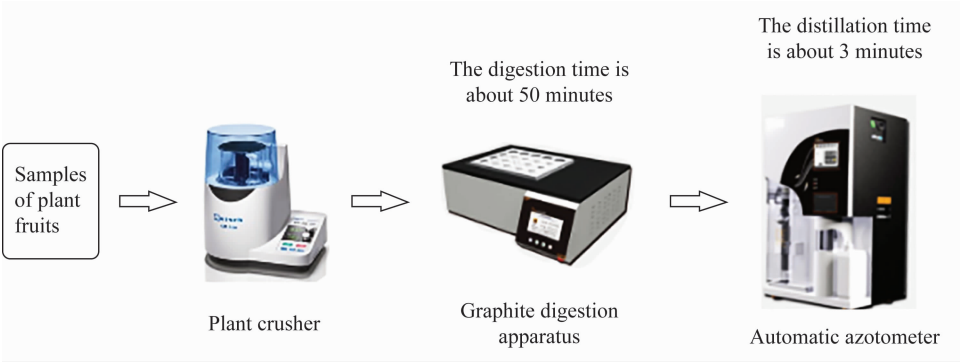
Determination of Total Nitrogen in Plant Fruits by Graphite Digestion Apparatus and Automatic Azotometer

WU Gang, ZHANG Zhao – fa^{*}, SONG Fan, LIU Xian, MA Hui – chun, PANG Xue – min, ZHANG Jia – lin, LIU Yan – yun

(Hebei Research Center for Geoanalysis, Baoding 071000, China)

HIGHLIGHTS

- (1) The problems of sample splash and white smoke escape during the pretreatment of total nitrogen analysis of plant fruits were solved.
- (2) The graphite digestion apparatus was combined with the automatic azotometer organically.
- (3) The application of this method in the analysis of total nitrogen in plant fruits has improved work efficiency.



ABSTRACT

BACKGROUND: By measuring the nitrogen content in plant fruits, the growth status of plants can be grasped and important information for improving the yield of high – quality fruits can be provided. At present, the traditional Kjeldahl method is used to determine nitrogen in plant fruits. The main steps are digestion, distillation and titration. The digestion time of traditional method is 90 minutes, and the titration and distillation time is 10 – 20 minutes. The determination process is complicated and produces errors, which is not suitable for the analysis of large amounts of plant fruits.

OBJECTIVES: To shorten the analysis and determination time of total nitrogen in plant fruit samples, improve work efficiency, avoid artificial errors, and solve the problems of sample splashing and white smoke escaping during digestion.

METHODS: A graphite digestion instrument was used for digestion. Concentrated sulfuric acid and a catalyst were added, the reflux plug was capped, and an automatic nitrogen determination instrument was used for analysis.

RESULTS: The sample did not splash and the white smoke did not escape. The digestion time was 50 minutes and the distillation time was 3 minutes. The reagent consumption was reduced by 2mL. The relative error and relative standard deviation were less than 5% .

CONCLUSIONS: The established method meets the needs of the laboratory to quickly and accurately detect total nitrogen in large amounts of plant samples. It has been applied in the detailed survey project of the China geological survey bidding project and the detailed investigation of the soil pollution status of agricultural land in Hebei Province.

KEY WORDS: plant fruit; total nitrogen; concentrated sulfuric acid; graphite digestion apparatus; Kjeldahl method; automatic titration