

波美计快速测定尿素溶液浓度的方法探讨

解锦华 杨晓蓉 曹霞 胡刘平

(四川省林业科学研究院, 四川 成都 610081)

摘要: 通过实验建立尿素溶液浓度、温度的波美度序列值表, 利用波美计测定待测尿素溶液波美度, 经波美度序列值表内查得知尿素溶液浓度。实验结果表明, 波美计快速测定尿素溶液浓度的方法与传统凯氏定氮法比较, 准确率达 89.95% 以上, 为快速测定尿素溶液浓度的方法提供参考。该方法具有不消耗化学试剂、对实验条件要求低、快速、简便等优点。

关键词: 波美计; 快速测定; 尿素溶液; 浓度; 方法

中图分类号: TQ016

文献标识码: A

文章编号: 1003-5508(2013)02-0069-05

A Study of the Method of Rapid Determination of Urea Solution Concentration by Baume' Hydrometer

XIE Jin-hua YANG Xiao-rong CAO Xia HU Liu-ping

(Sichuan Academy of Forestry, Chengdu 610081, China)

Abstract: Based on establishing the urea solution concentration, Baume degree sequence value table of different temperature and getting the Baume' degree sequence value of different urea solution by Baume' hydrometer, the urea solution concentration can be achieved by Baume' degree sequence value table. By means of this method, the accuracy was more than 89.95% as compared with Kjeldahl method, thus being able to offer reference for further improving the method of rapid determination of urea solution concentration. This method was easy to operate with less reagent consumption, high accuracy and rapid speed.

Key words: Baume' hydrometer, Rapid determination, Urea solution, Concentration, Method

尿素溶液浓度的测定通常采用凯氏定氮法。尿素溶液中胺态氮($\text{NH}_2\text{-N}$)在催化剂的作用下,通过浓硫酸消化,使胺态氮($\text{NH}_2\text{-N}$)转化为铵态氮($\text{NH}_4\text{-N}$),与硫酸结合为硫酸铵,在浓碱条件下蒸馏生成氨,吸收于硼酸溶液中,用碱的标准溶液滴定测定氮含量^[1],再换算为尿素的含量。

波美度($^{\circ}\text{Bé}$)是表示溶液浓度的一种方法。将波美比重计浸入所测溶液中,得到的度数就叫波美度,溶液的溶质浓度与溶液的波美度呈正相关。同时,波美度受温度影响较大,同一浓度的溶液,温度升高时,波美度变小,温度下降时,波美度变大^[2]。

凯氏定氮法测定溶液中尿素含量实验消耗试剂

多,强酸强碱均需使用,存在一定的安全隐患,实验操作复杂,耗时较长,并且测定结果受操作环节和人为因素影响大,分析效率较低^[3]。本文旨在通过实验,建立尿素溶液波美度与溶液中尿素含量的关系,探讨使用波美计快速、简便测定尿素溶液浓度的方法。

1 实验仪器、试剂和方法

1.1 实验仪器设备

B-324 定氮仪、K-437 消解炉、刻度为 0-10 波美计(精度 0.05)、1 000 ml 量筒、温度计、电子天平

收稿日期: 2012-12-09

作者简介: 解锦华(1964-),女,工程师,长期从事林业实验分析和部分林业调查工作。

(精度万分之一)。

1.2 实验试剂

99.0% 尿素、浓硫酸、硫酸钾、硫酸铜、硒粉、氢氧化钠、盐酸、硼砂、硼酸、液体石蜡、甲基红、溴甲酚绿。所有试剂均为分析纯。

1.3 实验方法

1.3.1 实验原理

依据在同一温度时,溶液的溶质浓度不同,其波美度不同,同一浓度的溶液,当温度发生变化时,它的波美度也随之发生变化的原理^[4],配制一系列准确浓度的尿素溶液,在温度从 4℃ ~ 50℃ 范围内,每升高温度 1℃,测定每一浓度的尿素溶液波美度,建立不同浓度的尿素溶液在不同温度条件下的波美度序列值表。通过测定未知浓度尿素溶液的温度和波美度内查波美度序列值表得知尿素溶液浓度。

1.3.2 操作步骤

(1) 用精度万分之一电子天平分别准确称取含量为 99.0% 的尿素 10.1011 g、20.2022 g、30.3030 g、40.4041 g、50.5050 g、60.6061 g、70.7072 g、80.8081 g、90.9090 g、101.0102 g、151.5152 g、202.0203 g 12 份,另取重量最多不超过 200 g 的不同重量的 6 份尿素 x_1 、 x_2 、 x_3 、 x_4 、 x_5 、 x_6 。分别将这 18 份质量不同的尿素溶解定容于 1 000 ml,得到浓度分别为 1%、2%、3%、4%、5%、6%、7%、8%、9%、10%、15%、20% 12 个尿素溶液,以及 6 个未

知浓度 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 、 X_5 、 X_6 的尿素溶液。

(2) 将上述 12 种浓度的尿素溶液各盛于 1000ml 量筒中隔水加热,温度设定范围 4℃ ~ 50℃。用刻度为 0°Bé ~ 10°Bé 波美计在温度每升高 1℃ 时测定 1 次每一浓度尿素溶液的波美度。每一种浓度的溶液均重复上述测定 4 次以上,波美计读数重现 3 次以上的数据才记录,以保证所测每一个波美度的准确性。通过此实验过程,可得到上述 12 个浓度的尿素溶液在温度范围 4℃ ~ 50℃ 的波美度序列值。

(3) 将上述操作步骤 (1) 配置好的 6 个未知浓度的尿素溶液 X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 、 X_5 、 X_6 置于随机选择 4 个 - 5 个的温度条件下,测定波美度,利用建立的波美度序列值表,采用内查法得到尿素溶液在不同温度条件下的尿素浓度。

(4) 分别将上述 6 个未知浓度的尿素溶液稀释 100 倍,然后从稀释后的 6 个溶液中分别吸取 20 ml 放入消化管中消解,每一稀释溶液都吸取双样。消解完成的样品用定氮仪蒸馏测出 6 个浓度的尿素溶液的尿素含量。

2 结果与讨论

12 个浓度的尿素溶液在温度范围 4℃ ~ 50℃ 的波美度测定结果见表 1。

表 1 不同浓度的尿素溶液在不同温度时的波美度测定结果

尿素溶液温度(℃)	尿素溶液浓度(%) 和波美度(°Bé)											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20
4	0.40	0.75	1.20	1.65	2.00	2.40	2.80	3.25	3.65	4.00	5.85	7.65
5	0.40	0.75	1.20	1.60	2.00	2.40	2.80	3.25	3.65	3.95	5.80	7.60
6	0.40	0.75	1.20	1.60	2.00	2.35	2.80	3.20	3.60	3.95	5.80	7.60
7	0.40	0.75	1.20	1.60	2.00	2.35	2.75	3.20	3.60	3.95	5.75	7.55
8	0.40	0.75	1.20	1.60	1.95	2.35	2.75	3.20	3.60	3.90	5.75	7.50
9	0.35	0.70	1.20	1.60	1.95	2.35	2.75	3.20	3.60	3.90	5.70	7.50
10	0.35	0.70	1.15	1.55	1.95	2.35	2.70	3.15	3.60	3.85	5.70	7.45
11	0.35	0.70	1.15	1.55	1.95	2.30	2.70	3.15	3.55	3.85	5.65	7.45
12	0.35	0.70	1.15	1.50	1.95	2.30	2.65	3.10	3.55	3.80	5.65	7.40
13	0.30	0.70	1.15	1.50	1.90	2.25	2.65	3.10	3.50	3.75	5.65	7.40
14	0.30	0.65	1.15	1.50	1.90	2.25	2.65	3.05	3.50	3.75	5.60	7.35
15	0.30	0.65	1.10	1.50	1.90	2.20	2.60	3.00	3.45	3.70	5.60	7.35
16	0.30	0.65	1.10	1.45	1.85	2.20	2.60	3.00	3.45	3.70	5.55	7.30
17	0.25	0.60	1.10	1.45	1.80	2.20	2.60	2.95	3.40	3.65	5.55	7.30
18	0.20	0.60	1.05	1.40	1.75	2.15	2.55	2.95	3.40	3.65	5.55	7.25
19	0.20	0.55	1.00	1.40	1.75	2.10	2.55	2.90	3.35	3.60	5.50	7.20
20	0.15	0.55	1.00	1.35	1.70	2.10	2.50	2.90	3.35	3.55	5.45	7.15
21	0.15	0.50	0.95	1.35	1.70	2.05	2.50	2.85	3.30	3.50	5.40	7.10
22	0.10	0.50	0.95	1.30	1.65	2.05	2.45	2.8	3.25	3.45	5.35	7.00
23	0.10	0.50	0.90	1.30	1.65	2.00	2.45	2.75	3.20	3.40	5.30	6.95
24	0.05	0.45	0.90	1.25	1.60	2.00	2.40	2.70	3.15	3.35	5.25	6.90
25	0.00	0.45	0.85	1.20	1.60	1.95	2.35	2.70	3.10	3.35	5.20	6.85
26		0.40	0.85	1.20	1.55	1.95	2.35	2.65	3.05	3.30	5.15	6.80

(续表)

尿素溶液温度(°C)	尿素溶液浓度(%) 和波美度(°Bé)											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20
27		0.35	0.80	1.20	1.50	1.90	2.30	2.60	3.00	3.25	5.10	6.70
28		0.30	0.75	1.15	1.45	1.85	2.25	2.55	2.95	3.20	5.05	6.65
29		0.25	0.70	1.10	1.45	1.80	2.20	2.50	2.90	3.15	5.0	6.60
30		0.20	0.70	1.05	1.40	1.75	2.15	2.45	2.85	3.10	4.95	6.55
31		0.20	0.65	1.00	1.40	1.75	2.10	2.40	2.80	3.05	4.90	6.50
32		0.20	0.60	1.00	1.35	1.70	2.05	2.35	2.75	3.00	4.85	6.45
33		0.15	0.55	0.95	1.30	1.70	2.00	2.35	2.70	2.95	4.80	6.35
34		0.10	0.50	0.90	1.25	1.65	1.95	2.30	2.65	2.90	4.75	6.30
35		0.00	0.50	0.85	1.20	1.55	1.90	2.25	2.60	2.85	4.70	6.25
36			0.45	0.80	1.15	1.45	1.85	2.20	2.55	2.80	4.65	6.20
37			0.40	0.70	1.10	1.40	1.80	2.15	2.50	2.75	4.60	6.15
38			0.35	0.65	1.05	1.35	1.75	2.05	2.45	2.70	4.55	6.10
39			0.30	0.60	1.00	1.30	1.70	2.00	2.40	2.60	4.50	6.05
40			0.25	0.55	0.95	1.25	1.65	1.90	2.35	2.55	4.45	6.00
41			0.20	0.50	0.90	1.20	1.60	1.85	2.30	2.50	4.40	5.95
42			0.20	0.40	0.85	1.15	1.55	1.80	2.25	2.45	4.35	5.90
43			0.10	0.40	0.75	1.10	1.50	1.75	2.20	2.40	4.30	5.80
44			0.05	0.35	0.70	1.00	1.45	1.70	2.15	2.35	4.25	5.70
45			0.00	0.30	0.65	0.95	1.40	1.60	2.10	2.30	4.20	5.65
46				0.25	0.60	0.90	1.35	1.55	2.05	2.25	4.15	5.60
47				0.20	0.55	0.85	1.30	1.50	2.00	2.20	4.10	5.55
48				0.10	0.50	0.80	1.25	1.45	1.95	2.15	4.05	5.50
49				0.05	0.45	0.75	1.20	1.35	1.90	2.10	4.00	5.45
50				0.00	0.35	0.70	1.10	1.30	1.85	2.00	3.90	5.40

2.1 尿素溶液浓度与其波美度的关系

为了直观地表达不同浓度的尿素溶液在不同温

度时测定的波美度的变化,将表 1 中的测定数据做散点图,如图 1。

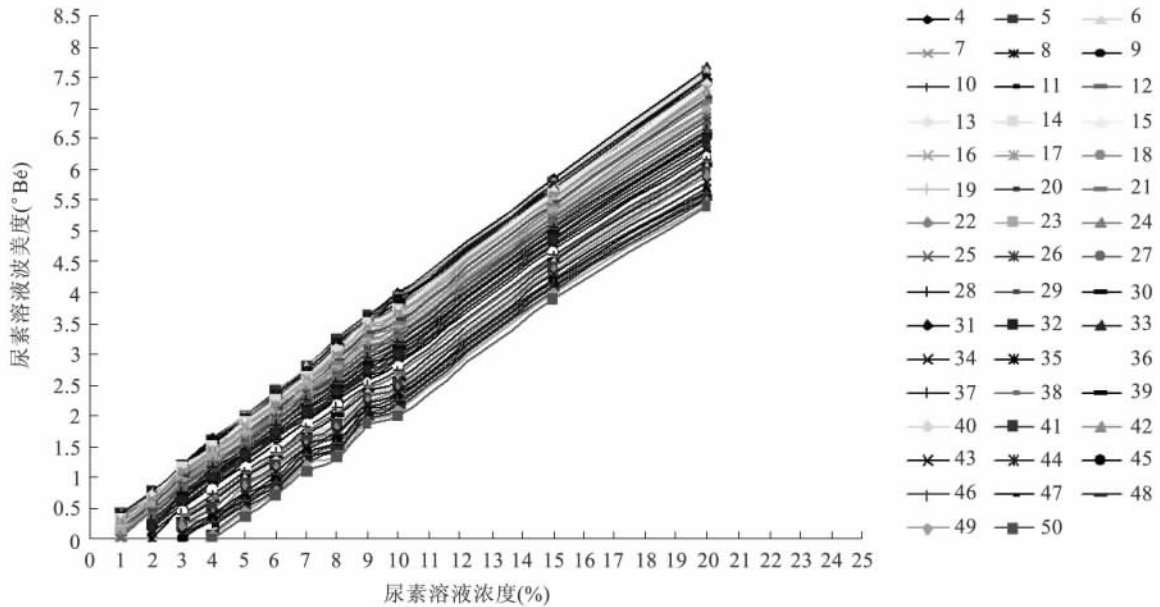


图 1 尿素溶液浓度与波美度随温度变化关系图

从图 1 可明显看出,尿素溶液的浓度与其波美度随温度变化呈明显的线性正相关。在所实验温度范围 4 °C ~ 50 °C 的每一个温度下,尿素溶液的浓度与波美度均呈明显的线性正相关:即在同一温度下,随着尿素溶液的浓度增加,其波美度随之上升。进一步对温度范围 4 °C ~ 50 °C 的每一个温度下尿素

溶液的浓度与其波美度进行线性回归统计分析(显著性检验)^[5]均达到极显著性(相关)水平(F 值 = 2 570 ~ 11 302),线性回归相关系数 R = 0.9986 ~ 0.9996。从理论上说,在相同温度条件下,尿素溶液一定的浓度范围内其浓度与波美度呈线性函数关系。但由于在实验过程中,存在一定的系统误差

(波美计、称量天平、计量容器等精度原因)和偶然误差(称量、溶液配制、观测等人为因素),致使得到的尿素溶液的浓度与其波美度未呈线性函数关系。由此表明,尿素溶液的浓度通过测定其溶液的波美度来获得是可行的。

在分析测定的实际中,通过建立不同温度下尿素溶液的浓度与波美度的线性关系模型或建立不同温度条件下不同浓度的尿素溶液的波美度序列值表,测定尿素溶液的波美度和温度,均可快速、简便的获得尿素溶液的浓度。无论是通过尿素浓度与波美度的线性关系模型计算求得尿素溶液浓度,还是经内查波美度序列值表得到尿素溶液浓度,均有一定的误差,但内查法是在相邻浓度之间进行内查计算,其误差比建立的尿素浓度与波美度的线性关系模型计算的误差要小。因此,在快速测定尿素溶液浓度实验实际中,建议采用波美度序列值表内查法,求得尿素溶液浓度。

2.2 尿素溶液波美度与温度的关系

从表 1 得知,同一浓度的尿素溶液在不同温度条件下,随着溶液温度升高,尿素溶液波美度呈下降趋势,尿素溶液波美度变化幅度或速率与温度呈正

相关:即随着温度的升高,尿素溶液波美度降低的幅度或速率增大;同时,尿素溶液波美度变化幅度或速率与溶液浓度亦呈正相关,即在一定温度范围内,随着温度的升高,较高浓度尿素溶液的波美度比较低浓度尿素溶液的波美度下降的幅度大。因此,当尿素溶液浓度过低,温度升高至一定刻度时,其波美度下降至 0°Bé ,温度再上升,已不能测出波美度值。从实验结果看,尿素溶液浓度为 1%、2% 和 3% 时,温度分别上升至 25°C 、 35°C 和 45°C ,其波美度下降至 0°Bé 。在一般室温条件下($\leq 40^{\circ}\text{C}$),测定尿素溶液浓度应 $\geq 3\%$,测定温度不能低于 4°C ,以避免溶液结冰影响测定结果。

2.3 波美计法快速测定尿素溶液浓度与凯氏定氮法比较

凯氏定氮法是测定氮的经典方法,通常作为测定氮的标准方法。利用波美计快速测定尿素溶液浓度,与凯氏定氮方法测定结果相比较,评价波美计法快速测定尿素溶液浓度的准确性。通过对 6 个未知浓度的尿素溶液的测定,两个方法测定实验结果见表 2 和表 3。

表 2 6 种未知浓度的尿素溶液随机选定温度波美度表

温度($^{\circ}\text{C}$)	溶液波美度 $^{\circ}\text{Bé}$ (浓度%)					
	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6
4				3.90(9.71)		
12				3.65(9.40)		
15					5.00(13.42)	
16			3.00(8.00)			
17		1.45(4.00)			4.90(13.29)	6.60(18.0)
18	0.70(2.22)					
20						6.40(17.79)
21				3.35(9.25)		
24	0.55(2.22)					
25		1.20(4.00)	2.65(7.86)			
27					4.50(13.38)	
28						6.05(18.13)
30	0.30(2.20)	0.95(3.71)				
31			2.35(7.83)			
32					4.20(13.24)	
33				2.80(9.40)		
36		0.65(3.57)				
37	0.00(2.00)		2.05(7.71)			5.50(17.90)
42			1.75(7.80)			
45						5.00(17.76)
46		0.10(3.40)		2.10(9.25)		
47					3.30(12.89)	
浓度平均值	2.160	3.736	7.840	9.402	13.244	17.916
极差	0.22	0.60	0.29	0.46	0.53	0.37
误差(%)	2.78-7.41	7.07-8.99	1.66-2.04	1.62-3.28	1.33-2.67	0.87-1.19
标准差	0.093	0.240	0.094	0.168	0.035	0.019
变异系数	0.043	0.063	0.012	0.018	0.003	0.001

表3 波美计法与凯氏定氮法测尿素溶液浓度定的结果比较

测定方法	尿素溶液测定浓度(%)					
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆
第一次	2.16	3.78	7.56	9.29	13.00	17.73
第二次	2.17	3.78	7.58	9.28	13.03	17.71
平均值%	2.165	3.780	7.570	9.285	13.015	17.720

结果表明,同一浓度尿素溶液在不同温度(4℃~47℃)条件下,利用波美计测定的结果差异不大,其标准差、变异系数均较小,精确度较高,精确率为91.01%~99.53%。在所测定的6个浓度(2%~18%)尿素溶液溶中,浓度越高,测定结果的变异系数越小,精确度越高,表明较高浓度溶液测定的精确度比较低浓度溶液测定的精确度高;6个浓度尿素溶液在不同温度下测定的结果与凯氏定氮法测定的结果相比较,同一浓度溶液在不同温度下及不同浓度溶液在同一温度下测定的准确率存在一定差异,29个测定值的准确率为89.95%~99.77%。其中,一个测定值的准确率为89.95%,其余测定值的准确率在94%以上,测定的准确度高。由此表明,该实验方法在较大的温度范围(4℃~47℃)内,对浓度较大范围(2%~18%)的尿素溶液测定的准确度及精确度较高。因此,在室温条件下,利用波美计测定尿素溶液浓度是可行的,并且可达到试验不消耗试材、不需要特殊仪器设备,测定快速、简便、准确

(上接第56页)

有利于区域景观的规划和管理。

4 结果与讨论

本研究选取8种常用类型水平级、6种景观水平级景观格局指数,利用GIS技术和景观指数分析Fragstats 3.3平台,以江油市为研究区,对景观格局指数随土地利用类型变化进行了定量研究。研究结果表明,土地利用分类和空间格局对景观格局指数具有显著影响。经验证,利用GIS技术和景观格局指数研究人类越来越复杂的土地利用现状及规划是切实可行的。这有利于土地利用规划编制中土地利用分区的合理划定和土地可持续利用政策的制定,但对于景观格局的动态变化缺乏分析,在以后的研究中应注重动态分析。

参考文献:

[1] 裴久渤,汪景宽,苏里.基于GIS的县域土地利用类型景观特征定量分析——以辽宁省桓仁县为例[J].国土资源科技管

度、精确度较高的目的。

3 结论

在实验的温度4℃~50℃和尿素溶液浓度1%~20%范围内,尿素溶液的浓度与波美度均呈明显的线性正相关,线性回归相关系数 $R = 0.9986 \sim 0.9996$ 。

利用波美计测定尿素溶液浓度的实验方法,测定尿素溶液浓度的结果与凯氏定氮法比较,准确度达89.95%以上,准确率较高;同一尿素溶液浓度在不同的温度下测定结果的精确率在91%以上。

本方法适用于快速测定尿素溶液浓度,具有快速、简便、不消耗化学试剂、不需要特殊仪器设备等优点,并且测定结果准确度、精确度较高。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国林业行业标准 LY/T 1210~1275—1999 森林土壤分析方法[S].北京:国家林业局,1999.
- [2] A. L. 佩奇.土壤分析法[M].北京:中国农业出版社,1987.
- [3] 吴晓荣,叶祥盛,赵竹青.流动注射法与凯氏定氮法测定土壤全氮的比较[J].华中农业大学学报,2009,28(5):560~563.
- [4] 胡刘平.氯化锌溶液波美度与温度的关系式[D].北京:全国活性炭专业委员会,1989.
- [5] 马育华.实验统计[M].北京:农业出版社,1982:272~311.
- [6] 理,2010,27(03):78~83.
- [2] 龚文峰,杜崇,范文义.基于GIS的景观空间格局地形分布及生态效应的研究——以黑龙江省尚志市帽儿山地区为例[J].吉林大学学报(地球科学版),2009,39(05):899~906.
- [3] Ispikoudis I, Lyrintzis G, Kyriakakis S. Impact of human activities on mediterranean landscapes in western Crete[J]. Landscape and Urban Planning, 1993, 24: 259~271.
- [4] 王佑汉,赵宏达,任茜.成都平原土地利用景观格局变化及驱动因素分析——以成都市龙泉驿区为例[J].水土保持研究,2007,14(06):198~201.
- [5] 傅文杰.遥感及Fragstats在土地利用景观格局分析中的应用[J].莆田学院学报,2010,17(05):45~49.
- [6] 韩焯,马俊杰.县域土地利用景观格局变化研究——以陇县为例[J].地下水,2012,34(01):167~170.
- [7] Schumaker N H. Using landscape indices to predict habitat connectivity. Ecology, 1996, 77: 1210~1225.
- [8] 彭建,王仰麟,张源,等.土地利用分类对景观格局指数的影响[J].地理学报,2006,61(02):157~168.
- [9] 王成,魏朝富,袁敏,等.重庆市浅丘带坝区土地利用与景观空间格局分析[J].地域研究与开发,2008,27(01):82~86.
- [10] 杨英宝,江南,苏伟忠.南京城市景观空间格局的变化分析[J].南京林业大学学报(自然科学版),2004,28(06):39~42.