

海能仪器：凯氏定氮仪测定乙酰苯胺中的氮含量

1 前言

乙酰苯胺，是磺胺类药物、橡胶硫化促进剂、染料和合成樟脑等的原料和中间体，化妆品工业双氧水稳定剂。亦可作为凯氏定氮实验的标准品对整个实验过程进行验证。本实验使用凯氏定氮仪对乙酰苯胺中的氮含量进行测定，验证其作为凯氏定氮实验标准品的准确性及重复性。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

2.2 试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠，混合催化剂：6gK₂SO₄、0.4gCuSO₄，0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

精密称取样品 0.1-0.2g（精确至 0.0001g）左右，加入消化管。加入混合催化剂 6.4g，缓慢加入浓硫酸 12mL。

3.2 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

阶段	温度/°C	保持/min
1	250	20
2	420	120

3.3 测试

消化完毕后，将消化管取下冷却至室温后将消化管放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	30mL	45mL	5min	100%	0.1170mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 乙酰苯胺中氮含量测试结果

样品名称	取样重量 g	氮含量%	回收率%	平均值%	RSD%
乙酰苯胺 (理论氮含量 10.36%)	0.1545	10.3649	100.05	100.026	0.116
	0.1466	10.3598	100.00		
	0.1580	10.3662	100.06		
	0.1544	10.3781	100.17		
	0.1527	10.3442	99.85		

4.2 结论

测试结果显示本次测试的乙酰苯胺中氮回收率平均值为 100.026% , RSD 为 0.116% , 准确性及重复性良好。