

# 凯氏定氮仪测定甲胺氢碘酸盐中的氮含量

## 1 前言

甲胺氢碘酸盐 ( $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{I}$ ) 和甲脒氢碘酸盐 ( $\text{HN}=\text{CHNH}_3\text{I}$ ) 是组成钙钛矿太阳能电池光吸收层的重要材料, 它们在合成过程中均须使用氢碘酸作为原料。甲胺氢碘酸盐和甲脒氢碘酸盐不仅常见于应用在钙钛矿太阳能电池制备领域, 也常见于应用于半导体、二极管、探测器、纳米材料等行业内。本实验使用凯氏定氮法对甲胺氢碘酸盐和甲脒氢碘酸盐中的氮含量进行测定, 根据氮含量从而计算其纯度。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪, SH520 电热消解仪, 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, 400g/L 氢氧化钠, 混合催化剂 ( $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 $0.2\text{gCuSO}_4$ ) , 0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

## 3 实验方法

### 3.1 取样

称取混合均匀的样品 0.1g~0.2g(精确至 0.1mg)左右, 加入消化管。加入混合催化剂 3.2g, 沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

### 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	420	60

### 3.3 测试

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	50mL	40mL	5min	100%	-	0.1112mol/L

## 4 结果与讨论

### 4.1 实验结果

表 3 甲胺氢碘酸盐和甲脒氢碘酸盐中的氮含量测试结果

样品名称	样品重量 g	氮含量%	纯度%	平均值%
CH <sub>3</sub> NH <sub>3</sub> I ( 8.805% )	0.1221	8.706	98.88	98.83
	0.1561	8.685	98.64	
	0.1473	8.714	98.97	
HN=CHNH <sub>3</sub> I ( 16.279% )	0.1119	16.137	99.13	98.66
	0.1056	16.055	98.62	
	0.1135	15.989	98.22	

### 4.2 结论

测试结果显示本次测试的甲胺氢碘酸盐和甲脒氢碘酸盐的纯度均在 98%以上。