

凯氏定氮仪测定乙腈溶液中的氮含量

一、前言

乙腈是一种极易挥发的无色液体，具有优良的溶剂性能，可以和水、醇类无限互溶。乙腈被用来进行许多典型含氮化合物的合成，是一种重要的有机中间体。因此，乙腈的纯度直接影响合成产品的质量。本方案给出了利用凯氏定氮法测定 5%（质量）乙腈-甲醇溶液中氮含量的方法。

仪器与试剂

2.1、仪器

K1100F 全自动凯氏定氮仪，SH520 电热消解仪，分析天平等

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 氢氧化钠溶液，混合催化剂（6gK₂SO₄、0.4gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取液体样品 1g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g，沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

3.2、消解

将加完样品和试剂的消化管放置于消解仪上，盖好排废罩，设定消解仪参数如表 1 所示：

表 1 消解参数设置

阶段	温度	保温
1	200℃	10min
2	420℃	60min

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。检查定氮仪各试剂是否充足，同时做仪器空白，待仪

器空白稳定后，可将消解好的样品上机测试。定氮仪参数设置如表 2 所示：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	25mL	5min	100%	-	0.1126mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的 5%乙腈-甲醇溶液样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 蛋白质含量测试结果

样品名称	样品重量/g	氮含量/%	平均值/%	RSD	理论值	乙腈纯度
乙腈甲醇溶液	1.101	1.617	1.614	0.57%	1.67	96.647
	1.116	1.608				
	1.063	1.602				
	1.045	1.625				
	1.098	1.619				

4.2、结论

本次测试的 5%乙腈-甲醇样品的氮含量为 1.614%、RSD 值为 0.57%，结果平行性良好。根据计算，5%乙腈-甲醇溶液的理论氮含量为 1.67%，实测溶液中乙腈的纯度为 96.647%。