

## 凯氏定氮仪测定 1,4-丁二醇的氮含量

### 一、前言

1,4-丁二醇(简称 BDO)是一种重要的有机和精细化工原料,它被广泛应用于医药、化工、纺织、造纸、汽车和日用化工等领域。由 1,4-丁二醇可以生产四氢呋喃(THF)、聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)、 $\gamma$ -丁内脂(GBL)和聚氨酯树脂(PU Resin)、涂料和增塑剂等,以及作为溶剂和电镀行业的增亮剂等。本实验使用凯氏定氮法对 1,4-丁二醇中的氮含量进行测定。

### 二、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(6gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.4gCuSO<sub>4</sub>), 0.1mol/L 硫酸标准滴定液

### 三、实验方法

#### 3.1、样品制备

称取混合均匀的样品 1g(精确至 0.1mg)加入消化管, 再加入混合催化剂 6.4g(6gK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、0.4gCuSO<sub>4</sub>), 沿消化管壁加入浓硫酸 20mL。

#### 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℃	20min
2	300℃	20min
3	420℃	60min
4	冷却	20min

### 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	60mL	5min	100%	-	0.1000mol/L

## 四、结果与讨论

### 4.1、实验结果

实验选取的 1,4- 丁二醇样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	平均值	RSD
1,4- 丁二 醇	1.1924g	0.4205%	0.421%	0.44%
	1.0601g	0.4230%		
	1.0770g	0.4194%		

### 4.2、结论

本次测试的 1,4- 丁二醇的氮含量为 0.421%、RSD 值为 0.44%，结果平行性良好。

## 五、注意事项

若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表中升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	200℃	30min
2	300℃	30min
3	420℃	80min