

凯氏定氮仪测定碳酸锂的氮含量

一、前言

碳酸锂，一种无机化合物，化学式为 Li_2CO_3 ，为无色单斜晶系结晶体或白色粉末，密度 $2.11\text{g}/\text{cm}^3$ ，熔点 723°C 。溶于稀酸，微溶于水，在冷水中溶解度较热水下大，不溶于醇及丙酮。可用于制陶瓷、药物、催化剂等，常用做锂离子电池原料。本实验使用凯氏定氮法对碳酸锂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

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（ $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 0.2gCuSO_4 ）， $0.1\text{mol}/\text{L}$ 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.3g （精确至 0.1mg ）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g （ $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 0.2gCuSO_4 ），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	420°C	60min
2	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	40mL	5min	100%	-	0.1000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的碳酸锂样品经消解、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
碳酸锂	0.3014g	0.0181%	0.0182%
	0.3088g	0.0171%	
	0.3038g	0.0195%	

4.2、结论

本次测试的碳酸锂的氮含量为 0.0182%，其氮含量较低。

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℃	20min
2	420℃	80min