

MMHSCNG0108 化学试剂 氮测定通用方法 酸碱滴定法

MM_HS_CNG_0108

化学试剂 氮的测定 通用方法

1 范围

本方法规定了将有机化合物中的氮转变成氨，以硼酸溶液吸收蒸馏出的氨，用酸碱滴定法测定氮含量的方法。

本方法适用于有机试剂中常量、半微量氮的测定。

2 原理

将有机化合物用硫酸钾和硫酸铜或硒粉在硫酸溶液中进行分解，使有机化合物中的氮转变成氨。在碱性溶液中，用直接蒸馏或水蒸气蒸馏法进行蒸馏，以硼酸溶液吸收，用酸碱滴定法测定氮含量。

3 仪器设备

3.1 一般实验室仪器。

3.2 凯氏定氮瓶：容积为 500mL。

3.3 冷凝管：长 600mm

3.4 水蒸气定氮仪：见图 3

4 操作步骤

4.1 直接蒸馏法

称取适量样品，称准至 0.000 1g 置于 500mL 定氮瓶中，加 10g 粉状硫酸钾及 0.5g 粉状硫酸铜或 0.3g 硒粉，沿瓶壁加入 20mL 硫酸，并使附着于瓶壁的粉末洗至瓶中。瓶口置一个玻璃漏斗，然后将烧瓶按图 1 所示成 45° 角斜置装好，缓缓加热，使溶液温度保持在沸点以下。泡沫停止发生后，强热使其沸腾，溶液由黑色逐渐转为透明，再继续加热 30min，冷却，缓缓加入 200mL 水，摇匀，冷却。沿瓶壁慢慢加入 120mL 氢氧化钠溶液 (300g/L) 流至瓶底，自成一液层，再加 2g 锌粒，按图 2 所示装好蒸馏装置。预先取 50mL 硼酸溶液 (20g/L)，加 8 滴甲基红-次甲基蓝混合指示液于 500mL 锥形瓶中。轻轻摇动凯氏定氮瓶，使内容物混合，加热蒸馏出三分之二液体至锥形瓶中，用水淋洗冷凝管，用盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$] 滴定至溶液由绿色变为灰紫色。同时作空白试验。

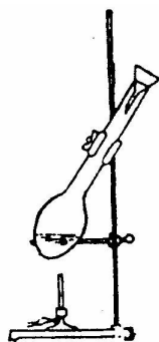


图 1

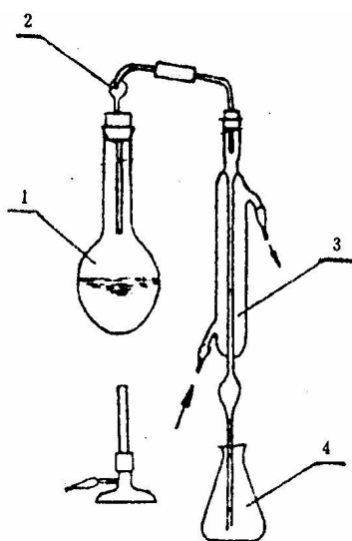


图 2

1 凯氏定氮瓶； 2 安全球； 3 冷凝器； 4 锥形瓶

含氮样品含量按式 (1) 计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot E}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

式中：X 含氮样品之百分含量，%；
 V_1 盐酸标准溶液之用量，mL；
 V_2 空白试验盐酸标准溶液之用量，mL；
 c 盐酸标准溶液之物质的量浓度，mol/L；
 m 样品质量，g；
 E 与 1.00mL 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的含氮样品的质量。

4.2 水蒸气蒸馏法

装置见图 3。

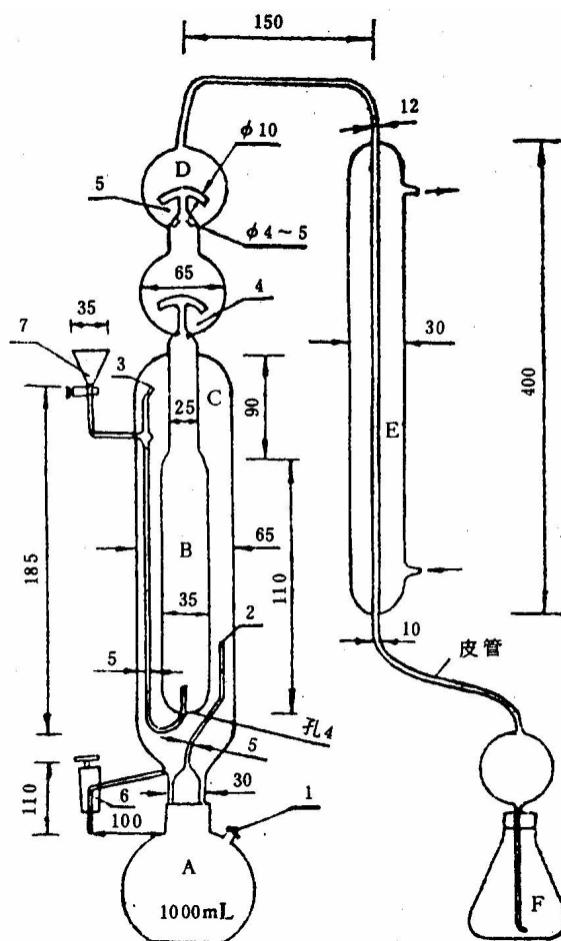


图 3

1 水蒸气发生瓶； 2 反应管； 3 蒸气室； 4 安全球；
5 冷凝管； 6 吸收瓶； 7 节门漏斗

4.2.1 清洗仪器

4.2.1.1 从加入水、几滴硫酸和数粒沸石。

4.2.1.2 用塞盖紧处，开通冷却水。

4.2.1.3 加热 A 瓶中水,使水沸腾,蒸气从 2 进入 C,再从 3 进入 B,通过 4 5 进入冷凝器,用蒸气洗涤仪器 5 min

4.2.1.4 移开火源，A和C内水气冷凝，造成负压，使B中水从3压出，再从4加入水到B，关闭7，B中的水还可以从3压出，反复几次洗净仪器。

4.2.1.5 最后打开6, 放出洗涤水, 放空后, 关闭6, 待蒸馏。

4.2.2 蒸馏

从 1 补充蒸馏水及几滴硫酸。如图 3 安好盛有硼酸的吸收瓶。从 4 加入消化好的样品溶液至 B, 用少量水洗 7 数次, 再加入氢氧化钠溶液 (400g/L), (常量 8mL; 半微量 5mL), 关闭 7。加热 A, 近沸腾, 用塞盖紧。继续加热进行蒸馏, 至馏出液体积符合要求 (常量约 200mL; 半微量约 100mL), 加大火使橡皮管中溶液都压入吸收瓶, 取下吸收瓶。移开火源, 废液可同样

被压出。再按步洗涤仪器。

4.2.3 样品处理

4.2.3.1 常量法

称取适量样品 (相当于消耗盐酸标准溶液 30mL左右), 称准至 0.000 1g 置于 500mL凯氏定氮瓶中, 加 2 g接触剂¹⁾及适量硫酸, 瓶口置一玻璃漏斗, 并使烧瓶成 45°角斜置于石棉网上, 用小火缓缓加热使溶液保持在沸点以下, 等泡沫停止发生后, 加大火力, 沸腾至溶液由黑色逐渐转为透明 (在加热过程中可补充硫酸量致使与空白体积相同), 冷却, 用水洗瓶壁, 再加热沸腾至透明。再重复一次, 大火煮沸 15min, 冷却, 用水将内容物移至 100mL容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

注: 1)接触剂的配制 $\text{Se} \quad \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \quad \text{K}_2\text{SO}_4 (0.5 \quad 1 \quad 20)$, 研细。

取 10.00mL溶液于水蒸气定氮仪中进行蒸馏。用 25mL硼酸溶液 (20g/L)吸收, 加 8滴甲基红 - 次甲基蓝混合指示液, 以盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 或 $c(\text{HCl}) = 0.02\text{mol/L}$] 滴定至溶液由绿色变为灰紫色。同时作空白试验 (空白加 12mL硫酸)。

含氮样品含量按式 (2)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot E}{m \cdot \frac{1}{10}} \cdot 100 \quad (2)$$

式中: X 含氮样品之百分含量, %;
 V_1 盐酸标准溶液之用量, mL;
 V_2 空白试验盐酸标准溶液之用量, mL;
 c 盐酸标准溶液之物质的量浓度, mol/L;
 m 样品质量, g;
 E 与 1.00mL盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$]
相当的以克表示的含氮样品的质量。

4.2.3.2 半微量法

称取适量样品 (相当于消耗盐酸标准溶液约 10mL左右), 称准至 0.000 01g 置于 30~ 50mL定氮瓶中, 加 0.3g接触剂及 2mL硫酸, 瓶口置一个玻璃漏斗, 并使烧瓶成 45°角斜置于石棉网上, 用小火缓缓加热使溶液保持在沸点以下, 等泡沫停止发生后, 加大火力, 沸腾至溶液由黑色逐渐转为透明, 继续加热 15min (除另有规定外), 冷却。用水将内容物移至 25mL容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

取 10.00mL溶液于水蒸气定氮仪中进行蒸馏, 用 20mL硼酸溶液 (20g/L)吸收, 加 4滴甲基红 - 次甲基蓝混合指示液, 以盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.02\text{mol/L}$] 滴定至溶液由绿色变为灰紫色。同时作空白试验。

含氮样品含量按式 (3)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot E}{m \cdot \frac{2}{5}} \cdot 100 \quad (3)$$

式中：X 含氮样品之百分含量，%；
 V_1 盐酸标准溶液之用量，mL；
 V_2 空白试验盐酸标准溶液之用量，mL；
 c 盐酸标准溶液之物质的量浓度，mol/L；
 m 样品质量，g；
 E 与 1.00mL 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$]
 相当的以克表示的含氮样品的质量。

5 参考文献

GB 608 88 化学试剂氮测定通用方法