

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，准确至 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(HCl) = 0.1mol/L] 滴定至溶液由绿色变为灰紫色。同时作空白试验。

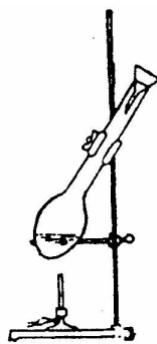


图 1

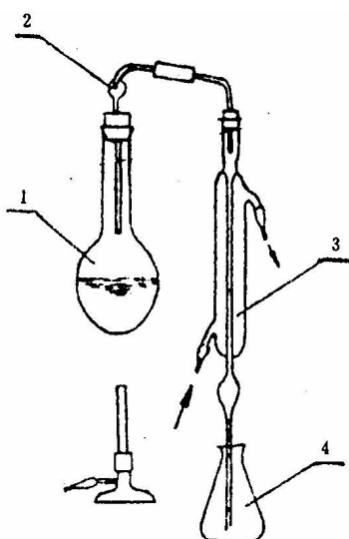


图 2

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(HCl) = 1.000mol/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

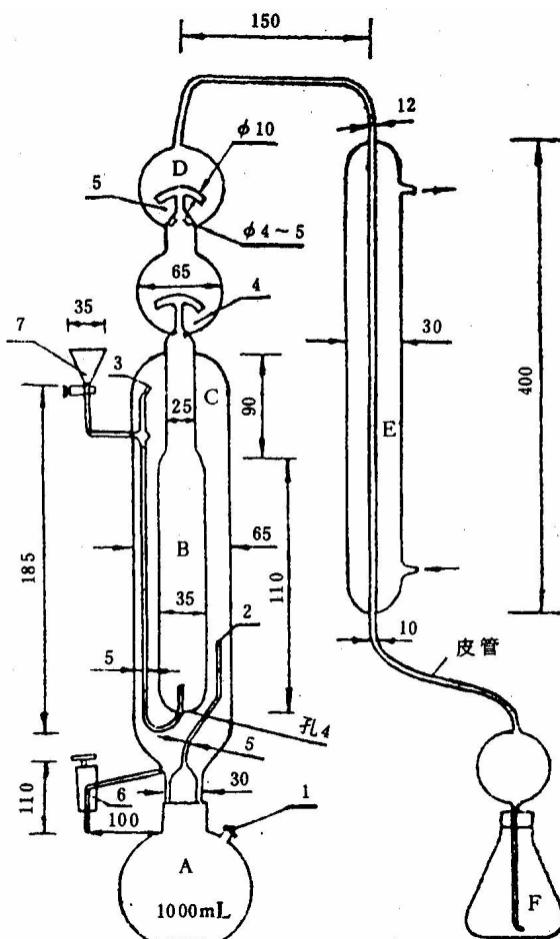


图 3

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 1，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 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 补充蒸馏水及几滴硫酸。如图 3安好盛有硼酸的吸收瓶。从 加入消化好的样品溶液至 B, 用少量水洗 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2g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 Se CuSO₄ 5H₂O K₂SO₄(0.5 1 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(HCl)=0.1mol/L或c(HCl)=0.02mol/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,%;

V₁ 盐酸标准溶液之用量,mL;

V₂ 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(HCl)=1.000mol/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(HCl)=0.02mol/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，%；
V₁ 盐酸标准溶液之用量，mL；
V₂ 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1.00m盐酸标准溶液 [c(HCl)=1.000mol/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