

凯氏定氮仪测定氰乙酸溶液的氮含量

一、前言

氰乙酸为白色结晶，有吸湿性。熔点 $66\sim 68^{\circ}\text{C}$ 。沸点 108°C (2kPa)。溶于水、乙醇和乙醚，微溶于苯及氯仿。其主要用途为有机合成中间体，主要用于合成氰乙酸酯类，在医药上用以合成巴比妥和咖啡碱等。本实验参照《中国药典》使用凯氏定氮法对氰乙酸溶液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（ $3\text{gK}_2\text{SO}_4$ 、 0.2gCuSO_4 ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.1g（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	250℃	20min
2	420℃	60min
3	冷却	20min

备注：第 1 阶段不盖排废罩

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

实验选取的氰乙酸溶液样品经消解、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
氰乙酸溶液	0.1267g	11.886%	11.830%
	0.1172g	11.770%	
	0.1211g	11.834%	

4.2、结论

本次测试的氰乙酸溶液的氮含量为 11.830%，且结果重复性良好。

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℃	20min
2	420℃	80min
备注：第 1 阶段不盖排废罩		

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京：中国医药科技出版社, 2020: 附录 0704

氮测定法 第三法