

凯氏定氮法测定螯合物中的氮含量

1 前言

螯合物是具有环状结构的配合物，是通过两个或多个配位体与同一金属离子形成螯合环的螯合作用而得到。螯合剂是具有多基配位体能与金属离子起螯合作用，生成螯合物的试剂，常用的有有机螯合剂，如氨羧络合剂（包括氨基三乙酸即 NTA、乙二胺四乙酸即 EDTA 等）、8-羟基喹啉、邻菲咯啉(C₁₂H₈N₂)、柠檬酸铵及无机螯合剂多磷酸盐等。在水污染化学、分析化学、有机和生化等方面的应用十分广泛，如水中金属离子的分离分析、水的软化、分级沉淀、纤维染色、清洗金属、浮选、杀菌、蛋白质的水解与合成以及稳定维生素等。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

2.2 试剂

硫酸（分析纯），催化剂片（分析纯无水硫酸钾 3g 和分析纯无水硫酸铜 0.2g），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠。

3 实验方法

3.1 取样

将样品粉碎，精确称取样品 0.3g 左右（精确值 0.1mg），用称量纸包好放入消化管内，然后分别加入 3g 硫酸钾与 0.2g 硫酸铜，沿消化管壁加硫酸 10mL。

3.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化过程采用曲线升温模式，设定消解参数如表 1：

表 1 消解参数设置

| 阶段 | 温度/°C | 保持/min |
|----|-------|--------|
| 1 | 230 | 20 |
| 2 | 350 | 20 |
| 3 | 420 | 90 |

3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

表 2 定氮仪参数设置

| 硼酸 | 稀释水 | 碱液 | 蒸馏量 | 蒸汽流量 | 滴定酸 |
|------|------|------|------|------|-------------|
| 25mL | 30mL | 40mL | 5min | 100% | 0.1189mol/L |

4 测试结果

4.1 实验结果

| 名称 | 样品质量 g | 氮含量% | 平均值% | RSD% |
|-----|--------|--------|--------|------|
| 螯合物 | 0.3026 | 15.953 | 15.932 | 0.13 |
| | 0.3025 | 15.908 | | |
| | 0.2989 | 15.944 | | |
| | 0.3012 | 15.921 | | |

4.2 结论

通过实验数据可以看出，测定螯合物中的氮含量的平均值为 15.932%，平行性良好。