

凯氏定氮仪测定哌嗪中的氮含量

1 前言

哌嗪，为白色针状晶体，有咸味，熔点 109°C，沸点 148°C，折射率 1.446(113°C)。在空气中吸收水分和二氧化碳。易溶于水和甘油，微溶于乙醇，不溶于乙醚。可由氯乙醇经氨化，环合制得。其磷酸盐和枸橼酸盐是驱除蛔虫、蛲虫的有效药物，故又名驱蛔灵。其分子式为 $C_4H_{10}N_2$ ，测定其氮含量可计算出其纯度。

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），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，400g/L 氢氧化钠，混合催化剂（3g K_2SO_4 、0.2g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

快速称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）左右，加入消化管。加入混合催化剂 3.2g，沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

3.2 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

阶段	温度/°C	保持/min
1	280	20
2	420	90

3.4 测试

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	50mL	40mL	5min	100%	0	0.1144mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 哌嗪中的氮含量测试结果

样品名称	样品重量 g	氮含量%	平均值%	理论值%	回收率%	RSD%
哌嗪	0.1212	32.259	32.268	32.56	99.10	0.03
	0.1134	32.277				
	0.1388	32.267				

4.2 结论

测试结果显示本次测试的哌嗪中氮含量为 32.268%，与理论值回收率为 99.10%。且 RSD 值小于 0.5%，重复性良好。

参考文献

[1] GB 38212-2019 哌嗪[S].

注意事项

此样品有腐蚀性且在空气中吸收水分及二氧化碳，称量时应快速称量并做好防护。