

凯氏定氮仪测定活性炭（粉状）中氮的含量

1 前言

活性炭是由木质、煤质和石油焦等含碳的原料经热解、活化加工制备而成，粉状活性炭是非常微细的粉末，绝大部分可通过 200 目筛网。它主要应用于味精、柠檬酸、氨基酸、啤酒等的脱色提纯。其氮含量测定原理是活性炭与浓硫酸和硫酸铜、硫酸钾一同加热消化，使含氮有机质分解，分解生成的氨与硫酸结合生成硫酸铵，然后碱化蒸馏使氨游离，用硼酸吸收后以硫酸标准滴定溶液滴定，根据酸的消耗量，计算样品中的氮含量。

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；电子分析天平。

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，40%氢氧化钠，混合催化剂片（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

准确称取混匀样品 0.2g(精确值 0.1mg)左右，加入消化管，再加入混合催化剂 3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄，加入 10mL 浓硫酸，然后再加入 0.2g 高锰酸钾。

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，消化完毕后，将消化管取下冷却至室温。消化过程采用曲线升温模式，设定消解参数：

阶段	温度/°C	保持
1	230	20
2	350	20
3	420	120

3.3 测试

将消化管放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.1187mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

名称	样品重量 g	氮含量%	平均值%	RSD%
粉状活性炭	0.2038	2.7084	2.7191	0.31
	0.2016	2.7244		
	0.2034	2.7164		
	0.2087	2.7273		

4.2 结论

通过实验数据可以看出，该粉状活性炭样品测定的氮含量平均值为 2.7191%。

以上数据显示，使用 K1160 全自动凯氏定氮仪测定粉状活性炭中氮的含量，所得结果误差符合《GB/T 19227-2008 煤中氮的测定方法》标准要求的重复性限为 0.08%。

参考文献

[1]GB/T 19227-2008 煤中氮的测定方法[S].

注意事项

加高锰酸钾时反应很剧烈，要在通风橱内进行，戴好护目镜，做好防护措施。剧烈反应结束放置 10min 再进行消解。