

凯氏定氮仪测定双氰胺中氮含量

一、前言

双氰胺氰胺的二聚体，也是胍的氰基衍生物。化学式 $C_2H_4N_4$ 。白色结晶粉末。可溶于水、醇、乙二醇和二甲基甲酰胺，几乎不溶于醚和苯。用作环氧树脂胶黏剂潜伏型固化剂，配制单组分环氧胶黏剂，也作为精细化工中间体在医药上用于制取硝酸胍。通过检测其中氮含量，可以准确检测出其含量，便于指导日常研发生产，保证产品质量和生产的正常进行。

本次使用海能 K1100 全自动凯氏定氮仪进行测试，能够快速准确的确定其氮含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 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（3g K_2SO_4 、0.2g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

三、实验方法

3.1、取样

准确称取样品 0.3g 左右（精确至 0.1mg）至消化管中，然后加入催化剂片一片，加入硫酸 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	消解温度/°C	保温时间/min
1	280	30
2	420	60
3	降温	20

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

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	硫酸浓度	硼酸	稀释水

5min	100%	80mL	0.5364mol/L	40mL	20mL
------	------	------	-------------	------	------

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 测试结果

样品	称样量/g	滴定液浓度(mol/L)	滴定体积/mL	氮含量/%	均值/%
231109306	0.3157	0.5364	27.88	66.32	66.29
	0.3002		26.49	66.26	
230511206	0.3001		26.37	66.00	66.24
	0.3036		26.87	66.48	
S-231130	0.2978		26.50	66.82	66.64
	0.3031		26.82	66.46	
230514111	0.3013		26.75	66.67	66.65
	0.3178		28.19	66.63	
230116301	0.2933		25.83	66.13	66.36
	0.3158		28.00	66.58	
230314309	0.3055		27.15	66.75	66.64
	0.3168		28.06	66.52	

4.2、结论

本次测试的双氰胺氮含量含量为 66%左右，结果平行性良好，能欧满足检测需求。

参考文献

[1] 2020 版《药典》通则 0704 氮测定法[s].