

凯氏定氮法测定过硫酸钾中的氮含量

一、前言

测定过硫酸钾中氮含量具有重要的质量控制与安全评估意义。过硫酸钾作为一种强氧化剂，广泛应用于聚合引发剂、漂白剂及电子工业清洗等领域，其理论组成中并不含氮元素。因此，样品中检测到的氮通常来源于生产过程中引入的杂质，如未完全除去的含氮原料、副反应产物或外界污染物。通过对氮含量的测定，可以有效评估产品的纯度及生产工艺的洁净程度。

在实际应用中，含氮杂质可能对过硫酸钾的稳定性和反应性能产生影响。例如，某些含氮物质在强氧化环境下可能发生分解或参与副反应，从而降低产品有效成分含量，甚至带来安全隐患。此外，在高端应用领域，如电子级或聚合反应体系中，对杂质控制要求较高，微量氮的存在也可能影响反应的可控性及最终产品性能。

从工艺角度看，氮含量也是评价生产与精制过程的重要指标。通过监测该参数的变化，可以及时发现工艺偏差，优化原料选择及纯化步骤，提高产品一致性。因此，测定过硫酸钾中的氮含量对于保障产品质量、提升工艺水平及满足高端应用需求具有重要意义。

本方案参考《GB/T609-2018 化学试剂 总氮量测定通用方法》，采用凯氏定氮法测定过硫酸钾中的氮含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K9840 自动凯氏定氮仪，分析天平

2.2、试剂

320g/L 氢氧化钠溶液，0.5%硫酸溶液，定氮合金，纳氏试剂，氮标准溶液（100 μg/mL）。

三、实验方法

1、称样

对于样品，准确称取 1.0000g~1.0050g 定氮合金至消化管中，然后准确称取 2.0000g~2.0050g 样品至消化管中。加入 140mL 纯水，待样品溶解后加入 5mL 的 320g/L 氢氧化钠溶液，静置一小时。

对于标准物质，依次准确移取 0、0.1mL、0.15mL、0.2mL、0.25mL 标准物质溶液，其余处理过程同样品，即得梯度 0~0.025。称取标准物质后，稀释至 75mL，然后依次加入 3mL 的 320g/L 氢氧化钠溶液、2mL 纳氏试剂，加纯水至 100mL，混匀后即得梯度 0'~0.025'。

2、蒸馏

定氮仪参数设置如下表：

硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%	淋洗水量/mL
0	0	0	4	100	5

蒸馏前，在接收杯或比色管中加入 5mL 的 0.5%硫酸溶液，然后置于仪器对应位置，然后点击开始进行蒸馏。蒸馏结束后，取下接收杯或比色管，加入 3mL 的 320g/L 氢氧化钠溶液，再加入 2mL 纳氏试剂，然后用纯水稀释至 100mL 刻度线，然后与标准梯度比色。

四、结果与讨论

样品经还原、蒸馏、纳氏试剂显色，测得结果如下：



图一 样品 1 比色结果

样品 1 所有平行的的色深均介于标准物质梯度 0 与 0.01mg 之间，即样品总氮含量不超过 0.0005%。



图二 样品 2 比色结果

样品 2 所有平行的色深均介于标准物质梯度 0 与 0.01mg 之间，即样品总氮含量不超过 0.0005%。



图三 样品 3 比色结果

样品 3 除平行 3-4 外，其余 5 平行的色深均介于标准物质梯度 0 与 0.01mg 之间，即样品总氮含量不超过 0.0005%；平行 3-4 的色深介于标准物质梯度 0.01mg 与 0.015mg 之间，即此平行比色所得样品总氮含量为 0.0005%~0.00075%。

五、参考文献

[1] GB/T609-2018 化学试剂 总氮量测定通用方法[s]