

凯氏定氮仪测定硝化棉中氮含量

一、前言

硝化棉别名硝化纤维，是白色或微黄色棉絮状的硝酸酯类，为纤维素与硝酸酯化反应的产物。它能溶于丙酮，习惯上用含氮量百分数代表酯化程度，具有高度可燃性和爆炸性。其危险程度根据硝化程度而定，当其含氮量在 12.5% 以上时遇火即燃，温度超过 40℃ 时，能加速分解而自燃。所以含氮量测试尤为重要，准确的含氮量测试能够保证产品的质量和安全，增加生产的安全性。

使用海能 K1160 测试硝化棉氮含量，能够快速准确的检测出氮含量，为硝化棉测试提供准确的数据参考。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1160 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

1、取样及测试

1.1 用已恒重过的称量瓶，称取干燥过的硝化棉样品 0.5g 左右，精确至 0.0001g。

1.2 在消化管中加入 5ml 乙醇，将称量好的样品转移到消化管内，用 50ml 纯水清洗称量瓶并冲洗消化管。

再依次加入 1.5ml 过氧化氢，50ml 氢氧化钠溶液。摇匀后静置 5-10min。

2、皂化

2.1 使用 SH520 进行加热皂化。升温程序如下：

| 温度 | 保持时间 |
|----|------|
|----|------|

| | |
|------|-------|
| 100℃ | 10min |
| 120℃ | 10min |
| 150℃ | 25min |

2.2 当溶液澄清透明后，皂化完成。继续加热，驱赶溶液里的过氧化氢，当均匀的小气泡消失，出现无规则的大气泡，停止加热。

3、测试

3.1 待消化管内溶液冷却至室温后，加入 4g 定氮合金，迅速将消化管放置于定氮仪上。上机测试。定氮仪参数设置参见下表。

| 蒸馏时间 | 蒸汽流量 | 碱液 | 硫酸浓度 | 硼酸 | 稀释水 |
|-------|------|-----|-------------|------|-----|
| 10min | 80% | 0mL | 0.1067mol/L | 35mL | 0mL |

3.2 消化管放置好后，开始蒸馏，蒸馏开始 30s 后，暂停蒸馏，静置 10min 后继续开始蒸馏 10min。

3.3 仪器自动滴定并给出计算结果。

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的重组人源胶原蛋白样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

| 样品 | 称样量/g | 空白体积/mL | 氮含量/% | 均值/% |
|------|--------|---------|---------|---------|
| 样品 1 | 0.5250 | 0.1587 | 10.8781 | 10.9684 |
| | 0.5329 | | 11.0587 | |
| 样品 2 | 0.5006 | | 11.8939 | 11.9073 |
| | 0.5166 | | 11.9207 | |

4.2、结论

本次测试的硝化棉的氮含量为 11-12%，数据重复性良好，能够满足检测要求。