

凯氏定氮仪测定碳泥膜中的氮含量

一、前言

碳基材料（如碳泥膜）作为工业环保、能源催化及废气处理领域的重要功能材料，其成分的精准检测对优化工艺性能及产品质量控制至关重要。本实验依据凯氏定氮法测试原理，使用全自动凯氏定氮仪对碳泥膜类样品进行氮含量的测试。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪、SH420F 石墨消解仪、分析天平等。

2.2、试剂

甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、无水硫酸铜、浓硫酸。

2.3、样品

碳泥膜类样品（1#、2#、3#）。

三、实验方案

3.1、试剂配制

(1) 甲基红溶液（1g/L）：称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。

(2) 溴甲酚绿溶液（1g/L）：称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。。

(3) 甲基红-溴甲酚绿溶液：将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。

(4) 硼酸溶液（20g/L）：称取 100g 硼酸，加水溶解后并稀释至 5L。按照 100:1 的比例向 5L 硼酸溶液中加入 50mL 甲基红-溴甲酚绿试液并搅拌均匀。

(5) 氢氧化钠溶液（400g/L）：称取 2000g 氢氧化钠加水溶解后，冷却，并稀释至 5L。

3.2、样品称量

使用一次性注射器称取 1g（精确至 0.1mg）左右的样品，并转移至洁净的消化管中。向样品空白消化管及样品消化管中均加入 0.2g 硫酸铜、3g 硫酸钾和 10mL 浓硫酸。

3.3、样品消解

使用 SH420F 石墨消解仪消解样品，消解完成后，溶液呈现澄清透明的蓝绿色。消解程序参见下表：

表一 SH420F 石墨消解仪消解程序设置

阶段	温度梯度/°C	保温时间/min
1	220	20
2	420	90

3.4、蒸馏与滴定

待消解程序完成，消化管冷却并无酸雾后，上凯氏定氮仪检测，定氮仪参数设置如表二：

表二 K1100 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定酸 (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.02054	20	40	30	5	100

四、测试结果

样品使用凯氏定氮法在 K1100 全自动凯氏定氮仪上的氮含量测试结果如表三：

表三 K1100 全自动凯氏定氮仪测定碳泥膜样品中的氮含量结果

样品名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/ (mg/g)	均值/ (mg/g)	RSD/%
1#	1.1237	0.1712	8.8090	2.212	2.205	0.35
	1.0501		8.2268	2.208		
	1.1506		8.9550	2.197		

2#	1.1501	0.1712	10.1422	2.495	2.486	0.40
	1.1737		10.2662	2.475		
	1.1193		9.8434	2.487		
3#	1.1295	0.1712	9.1291	2.282	2.270	0.46
	1.1390		9.1413	2.266		
	1.1431		9.1586	2.262		

五、结论

测试结果表明，K1100 全自动凯氏定氮仪可用于碳泥膜类样品中氮含量的测试，测试结果平行性好。