

ICS 71.040.30

G 60

备案号:27252—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4103—2009

化学试剂 有机氮化合物测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of organic nitrogen compounds

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准由 GB/T 608—1988《化学试剂 氮测定通用方法》转化而成。

本标准与 GB/T 608—1988 相比主要变化如下：

- 标准名称改为“有机氮化合物测定通用方法”；
- 调整了范围(1988年版的1,本版的1)；
- 取消了半微量法(1988年版的6.2.3.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准起草单位：国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人：陈浩云、郑文博、陈红。

化学试剂 有机氮化合物测定通用方法

1 范围

本标准规定了将有机化合物中的氮转变成氨,以硼酸溶液吸收蒸馏出的氨,用酸碱滴定法测定氮含量的通用方法。

本标准适用于有机试剂中常量氮的测定。对于氮氮、氮氧有机氮化合物,例如偶氮、肼、脘、硝基、亚硝基、缩脲等,需按标准规定作适当预处理后,再用本标准进行测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353—1 : 1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, mod ISO 3696 : 1987)

3 方法原理

将有机化合物用硫酸钾和硫酸铜或硒粉在硫酸溶液中进行分解,使有机化合物中的氮转变成氨。在碱性溶液中,用直接蒸馏或水蒸气蒸馏法进行蒸馏,以硼酸溶液吸收,用酸碱滴定法测定氮含量。

4 试剂

本标准中除另有规定外,所用标准滴定溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备;实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水规格,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5 试验方法

5.1 直接蒸馏法

5.1.1 仪器及装置

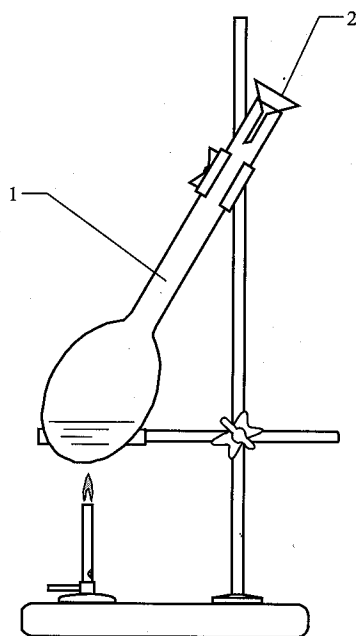
5.1.1.1 一般实验室仪器。

5.1.1.2 凯氏定氮瓶,容积为 500 mL。

5.1.1.3 冷凝管,长度为 600 mm。

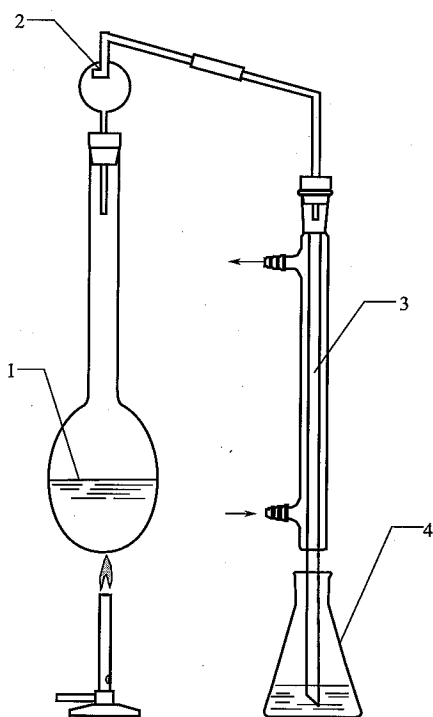
5.1.1.4 样品前处理装置,见图 1。

5.1.1.5 直接蒸馏法蒸馏装置,见图 2。



- 1—凯氏定氮瓶；
- 2—玻璃漏斗。

图 1 样品前处理装置



- 1—凯氏定氮瓶；
- 2—安全球；
- 3—冷凝器；
- 4—锥形瓶。

图 2 直接蒸馏法蒸馏装置

5.1.2 测定

称取适量样品,精确至 0.000 1 g。置于 500 mL 凯氏定氮瓶中,加 10 g 硫酸钾及 0.5 g 无水硫酸铜或 0.3 g 硒粉,沿瓶壁加入 20 mL 硫酸,并使附着于瓶壁的粉末洗至瓶中。瓶口置一个玻璃漏斗,然后将凯氏定氮瓶按图 1 所示呈 45°角斜置装好,缓缓加热,使溶液温度保持在沸点以下。泡沫停止产生后,强热使其沸腾,溶液由黑色逐渐转为透明,再继续加热 30 min。冷却,缓缓加入 200 mL 水,摇匀,冷却。沿瓶壁慢慢加入 120 mL 氢氧化钠溶液(300 g/L)流至瓶底,自成一液层,再加 2 g 无砷锌粒,按图 2 所示连接蒸馏装置。轻轻摇动凯氏定氮瓶,使内容物混合,加热蒸馏出 2/3 液体至预先装有 50 mL 硼酸溶液(20 g/L)及 8 滴甲基红-次甲基蓝混合指示液的 500 mL 锥形瓶中,用水淋洗冷凝管,用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液由绿色变为灰紫色。同时做空白试验。

5.1.3 计算

含氮样品的质量分数 w ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——含氮样品摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

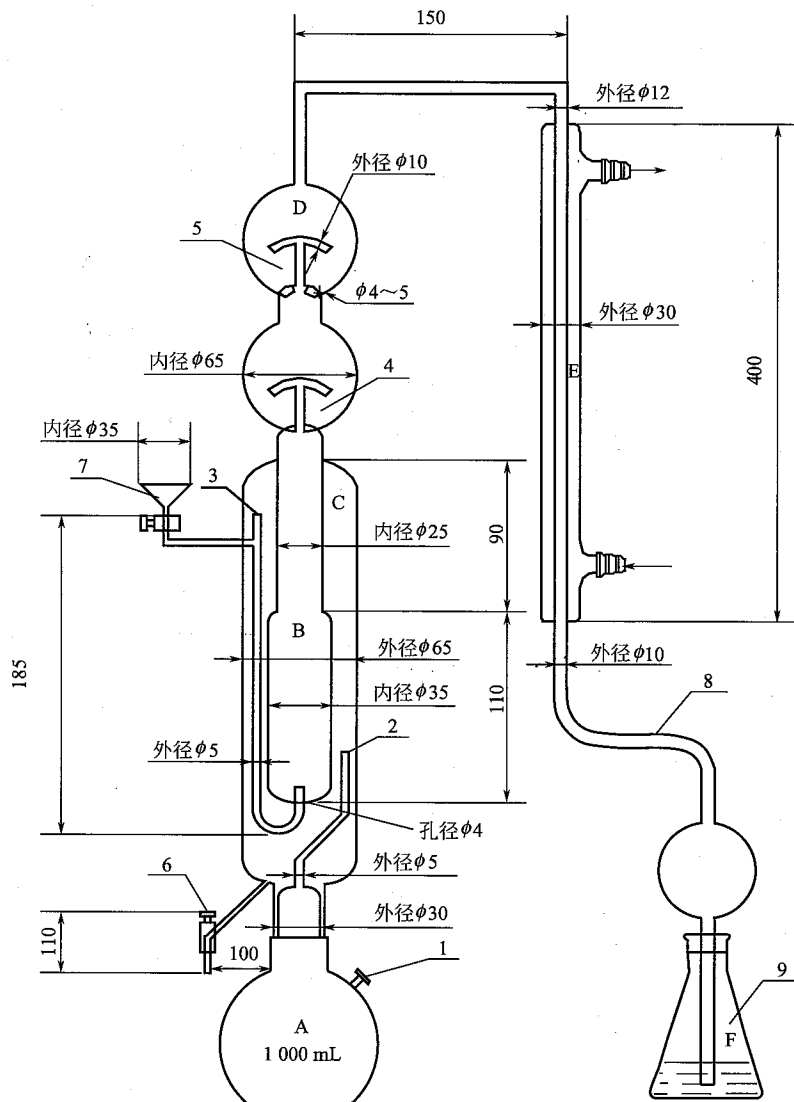
5.2 水蒸气蒸馏法

5.2.1 仪器及装置

5.2.1.1 一般实验室仪器。

5.2.1.2 水蒸气蒸馏法蒸馏装置,见图 3。

单位为毫米



- 1—水蒸气发生瓶；
- 2—反应管；
- 3—蒸汽室；
- 4—安全球；
- 5—冷凝管；
- 6—阀门；
- 7—节门漏斗；
- 8—皮管；
- 9—吸收瓶。

图3 水蒸气蒸馏法蒸馏装置

5.2.2 清洗仪器

如图3,从1加入水、几滴硫酸和数粒沸石。用塞盖紧1处,开通冷却水。加热A瓶中水,使水沸腾,蒸汽从2进入C,再从3进入B,通过4、5进入冷凝器,用蒸汽洗涤仪器5 min。移开火源,A和C内水汽冷凝,造成负压,使B中水从3压出,再从7加入水至B,关闭7,B中的水还可以从3压出,反复几

次洗净仪器。最后打开 6, 放出洗涤水, 放空后, 关闭 6, 待蒸馏。

5.2.3 蒸馏

从 1 补充水及几滴硫酸, 如图 3 安好盛有硼酸的吸收瓶。从 7 加入消化好的样品溶液至 B, 用少量水洗 7 数次, 再加 8 mL 氢氧化钠溶液(400 g/L), 关闭 7。加热 A, 近沸腾, 用塞盖紧。继续加热进行蒸馏, 至馏出液体积约 200 mL, 加大火使橡皮管中溶液全部压入吸收瓶, 取下吸收瓶。移开火源, 废液可同样被压出。再按 5.2.2 洗涤仪器。

5.2.4 接触剂的配制

称取 0.5 g 硒粉、1 g 五水合硫酸铜及 20 g 硫酸钾, 混匀, 研细。

5.2.5 测定

称取适量样品(相当于消耗盐酸标准滴定溶液 30 mL 左右), 精确至 0.000 1 g。置于 500 mL 凯氏定氮瓶中, 加 2 g 接触剂及适量硫酸, 瓶口置一个玻璃漏斗, 然后将凯氏定氮瓶成 45°角斜置于石棉网上, 用小火缓缓加热, 使溶液温度保持在沸点以下。等泡沫停止发生后, 强热使其沸腾, 溶液由黑色逐渐转为透明(在加热过程中可补充硫酸量使之与空白体积相同), 冷却, 用水清洗瓶壁, 再加热沸腾至透明。再重复一次, 大火煮沸 15 min, 冷却, 用水将内容物移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

取 10.00 mL 溶液按 5.2.3 进行蒸馏, 用预先装有 25 mL 硼酸溶液(20 g/L)及 8 滴甲基红-次甲基蓝混合指示液的锥形瓶接收, 用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 或 $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液由绿色变为灰紫色。同时做空白试验(空白加 12 mL 硫酸)。

5.2.6 计算

含氮样品的质量分数 w , 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times \frac{10}{100} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——含氮样品摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol);

m ——样品质量的数值, 单位为克(g)。