

凯氏定氮仪测定聚维酮 K30 的氮含量

一、前言

聚维酮 K30 是一种有机化合物，分子式为 $(C_6H_9NO)_n$ ，白色至乳白色粉末；无臭或稍有特臭，无味。用作药用辅料，黏合剂和助溶剂等。本实验参照《中国药典》使用凯氏定氮法对聚维酮 K30 中的氮含量进行测定。

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（10gK₂SO₄、0.5gCuSO₄），0.01mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 10.5g（10gK₂SO₄、0.5gCuSO₄），沿消化管壁加入浓硫酸 20mL。

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	温度	保温
1	420℃	70min
2	冷却	20min

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用，将消解后的聚维酮 K30 样品稀释定容至 100mL，取 10mL 上机测试。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

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	40mL	10mL	5min	100%	-	0.01000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的聚维酮 K30 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

样品名称	样品重量	氮含量	平均值
聚维酮 K30	0.1017g	12.2670%	12.2645%
	0.1023g	12.2086%	
	0.1021g	12.3179%	

4.2、结论

本次测试的聚维酮 K30 的氮含量为 12.2645%，符合《中国药典》中其氮含量 11.5%~12.8%的要求，且结果重复性良好。

五、注意事项

若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	200℃	20min
2	420℃	90min

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 附录 0704
氮测定法 第三法