

凯氏定氮仪测定焦磷酸哌嗪中的氮含量

1 前言

焦磷酸哌嗪是一种氮-磷协同无卤环保的高效阻燃剂，分子式为 $C_4H_{14}N_2O_7P_2$ ，具有极佳的阻燃性能。外观为白色粉末，无臭无味。作为一种添加型阻燃剂，因具有环保、高效等优点，在聚烯烃、三元乙丙橡胶及 TPE 弹性体材料中广泛应用。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，分析天平。

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，混合催化剂（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

称取样品 0.1g（精确至 0.1mg）左右，加入消化管。加入混合催化剂 3.2g，沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

3.2 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

阶段	温度/°C	保持/min
1	280	20
2	420	90

3.4 测试

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	50mL	40mL	5min	100%	0	0.1144mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 焦磷酸哌嗪中的氮含量测试结果

样品名称	样品重量 g	氮含量%	平均值%	RSD%
焦磷酸哌嗪	0.1112	10.365	10.356	0.08
	0.1324	10.349		
	0.1123	10.353		

4.2 结论

测试结果显示本次测试的焦磷酸哌嗪中氮含量为 10.356%，且 RSD 值小于 0.5%，重复性良好。