

凯氏定氮仪测定三聚氰胺聚磷酸盐中的氮含量

一、前言

三聚氰胺聚磷酸盐是一种广泛使用的化工中间体，具有很高的热稳定性，用于热塑性和热固性塑料以及纤维和橡胶等制品中，可以起到阻燃的效果。三聚氰胺聚磷酸盐中的氮含量是检验其纯度和聚合质量的重要指标之一。本方案给出了利用凯氏定氮法测定三聚氰胺聚磷酸盐中氮含量的方法。

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，0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取样品 0.05g（精确至 0.1mg）加入消化管，沿消化管壁加入浓硫酸 12mL。

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℃	120min

3.3、测试

消解完成后，待消化管冷却至室温后取下备用。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，可将消解好的样品上机测试。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	30mL	5min	100%	-	0.1112mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的三聚氰胺聚磷酸盐样品经消解、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/g	氮含量/%	均值/%	RSD
1	0.0502	41.152	41.061	0.31%
	0.0543	40.971		
2	0.0504	41.145	41.131	0.05%
	0.0535	41.116		
3	0.0511	41.460	41.416	0.15%
	0.0523	41.371		

4.2、结论

本次测试的三种三聚氰胺聚磷酸盐样品的氮含量分别为 41.061%、41.131%、14.416%，RSD 值分别为 0.31%、0.05%、0.15%，结果平行性良好。