

凯氏定氮仪测定三聚氰胺聚磷酸盐中的氮含量

一、前言

焦磷酸哌嗪又称聚磷酸哌嗪，是一种以磷氮为主要阻燃元素的膨胀型阻燃剂，其外观为白色或类白色粉末，主要用于各种 PP、PE、PU 等高分子塑料等阻燃制品。焦磷酸哌嗪的氮含量是考察其聚合度、纯度的重要指标。本方案给出了利用凯氏定氮法测定焦磷酸哌嗪中氮含量的方法

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 0.2g（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°C	60min

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

实验选取的焦磷酸哌嗪样品经消解、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
焦磷酸哌嗪	0.1988	10.608	10.588	0.18%
	0.1982	10.562		
	0.1995	10.595		
	0.1985	10.587		

4.2、结论

本次测试的聚磷酸哌嗪样品的氮含量为 10.588%，RSD 值为 0.18%，结果平行性良好。