

凯氏定氮仪测定自硬呋喃树脂中的氮含量

一、前言

自硬呋喃树脂是一类具有呋喃环的糠醇和糠醛作为原料所生产的树脂，在强酸作用下固化为不溶和不熔的固形物，是现代铸造工艺常用的自硬沙的原料之一。自硬呋喃树脂的氮含量是反映其性能、生产工艺质量的重要指标之一。本方案基于《JB/T 7526-2008 铸造用自硬呋喃树脂》，给出了利用凯氏定氮法测定其氮含量的方法。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 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（硫酸铜 0.2g、过硫酸钾 10g），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

三、实验方法

3.1、样品制备

准确称取样品 0.1g~0.2g 左右（精确至 0.1mg）后加入消化管，无氮称量纸可包裹样品，一并转移至消化管，加入硫酸铜 0.2g、过硫酸钾 10g，加入硫酸 10ml。

3.2、消解

消解程序参见下表：

阶段	消解温度/℃	保温时间/min
1	230	20
2	360	10
3	420	90
5	冷却	30

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

蒸馏时间	蒸汽流量	碱液	硫酸浓度	硼酸	稀释水	蛋白系数
5min	100%	40mL	0.1080mol/L	20mL	40mL	-

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的自硬呋喃树脂样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如下表所示：

样品	称样量/g	空白体积/ml	滴定体积/ml	氮含量/%	均值/%	RSD
树脂 1	0.2147	6.3754	9.4701	2.179	2.180	0.48%
	0.2147		9.4556	2.169		
	0.2299		9.7057	2.190		
树脂 2	0.1023	6.3754	12.5015	9.054	9.036	0.19%
	0.1296		14.1083	9.022		
	0.1255		13.8707	9.030		
树脂 3	0.1093	6.5318	14.8195	11.125	11.136	0.13%
	0.1292		16.3267	11.123		
	0.1262		16.1145	11.141		
	0.1023		14.3094	11.155		

4.2、结论

本次测试的自硬呋喃树脂样品的氮含量为 2.180%、9.036%、11.136%，偏差为 0.48%、0.19%、0.13%，结果平行性良好。

4.3、注意事项

由于合成工艺的影响，过硫酸钾中的氮含量一般较高，空白体积可达数毫升，因此应确保其质量的平行性与精准性，称量范围应不大于 $10g \pm 0.005g$ 。

参考文献

[1] JB/T 7526-2008 铸造用自硬呋喃树脂[s]