

# 凯氏定氮仪测定胶水类高分子材料（聚乙烯醇）中的氮含量

## 一、前言

聚乙烯醇（PVA）胶水中的氮含量（源于残留醋酸乙烯酯单体或改性添加剂中的氨基/硝基基团）直接影响其粘结强度、耐水性及化学稳定性，精准量化氮元素对优化生产工艺与质控至关重要。本方案采用凯氏定氮法，通过消解仪高温硫酸催化消解实现 PVA 高分子链的高效转化，将有机氮定量转为铵盐，并基于 K1100 全自动凯氏定氮仪的蒸馏-滴定系统完成精准测定，有效克服胶体粘度干扰，为 PVA 胶粘剂性能调控提供数据支撑。

## 二、仪器与试剂

### 2.1、仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪、SH420F 石墨消解仪、分析天平等。

### 2.2、试剂

甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、五水合硫酸铜、浓硫酸。

### 2.3、样品

高分子材料 1#和高分子材料 2#。

## 三、实验方案

### 3.1、试剂配制

- (1) 甲基红溶液 (1g/L)：称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。
- (2) 溴甲酚绿溶液 (1g/L)：称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。
- (3) 甲基红-溴甲酚绿溶液：将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。
- (4) 硼酸溶液 (20g/L)：称取 100g 硼酸，加水溶解后并稀释至 5L。按照 100:1 的比例向 5L 硼酸溶

液中加入 50mL 甲基红-溴甲酚绿试液并搅拌均匀。

(5) 氢氧化钠溶液 (400g/L) :称取 2000g 氢氧化钠加水溶解后, 冷却, 并稀释至 5L。

### 3.2、样品称量

使用无氮称量纸准确称取 3g (精确至 0.1mg) 左右的样品, 滤纸同样品一起转移至洁净的消化管中, 空白管中也需加入一张无氮滤纸。

### 3.3、消解

向样品消化管中加入 0.4g 硫酸铜、6g 硫酸钾和 30mL 浓硫酸, 空白管则加入 0.4g 硫酸铜、6g 硫酸钾和 15mL 浓硫酸, 随后上机消解, 消解程序如表二:

表二 SH420F 石墨消解仪消解程序设置

阶段	温度梯度/°C	保温时间/min
1	250	30
2	300	30
3	350	30
4	420	180

### 3.4、蒸馏与滴定

待消解程序完成, 消化管冷却并无酸雾后, 使用 K1100 全自动凯氏定氮仪进行检测, 定氮仪参数设置如

表三:

表三 K1100 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定酸浓度/ (H <sup>+</sup> ) mol/L	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.02030	45	40	5	100

#### 四、测试结果

表四 样品氮含量测试结果

样品名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	氮含量均值/%	绝对差值/%
1#	3.0401	0.4431	1.8321	0.0130	0.0130	0.0001
	3.0077		1.8118	0.0129		
2#	3.0110		0.7611	0.0030	0.0029	0.0003
	3.0088		0.7337	0.0027		

#### 五、注意事项

1、由于空白管未加入样品，消解过程中耗酸量较少，故建议空白管中加入 15mL 浓硫酸，确保消解结束后空白管与样品管硫酸量基本一致，以减少氢氧化钠加入量不同带来的实验误差。

2、消解前样品管中加入浓硫酸后，轻晃消化管以促进样品浸没于溶液中且尽可能分散。

#### 六、实验结论

由测试结果可知，K1100 全自动凯氏定氮仪可用于胶水类高分子材料样品中的氮含量，测试结果平行性良好。