

凯氏定氮仪测定聚乙烯吡咯烷酮 K25 和 K90 中的氮含量

一、前言

聚乙烯吡咯烷酮（Polyvinylpyrrolidone, PVP）是一种重要的合成水溶性高分子聚合物，其分子结构由 N-乙烯基吡咯烷酮单体聚合而成，具有优异的溶解性、成膜性、络合能力、低毒性以及良好的化学稳定性。根据分子量的不同，PVP 可分为多种规格，其中 PVP K25 和 PVP K90 是两种广泛应用的产品，其 K 值（与聚合物分子量相关的特征值）分别对应中分子量和高分子量级别。

氮元素是 PVP 分子结构中的特征元素，来源于其吡咯烷酮单体单元。测定 PVP 产品的实际氮含量是评估其纯度、鉴别其真伪、监控其聚合与后处理工艺一致性的关键质量指标。实际测定值的偏差可能源于生产过程中未反应的单体、残留的催化剂、或其他含氮杂质的存在。准确测定氮含量对于确保产品质量的均一性、稳定性和合规性至关重要。

本方案参照《中国药典 2025 版 0704 氮测定法》，使用凯氏定氮仪测定聚乙烯吡咯烷酮 K25 和 K90 中的氮含量，为聚乙烯吡咯烷酮生产商与质检机构提供标准化的分析流程，助力产品质量提升与行业规范化发展。

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

聚乙烯吡咯烷酮 K25 和聚乙烯吡咯烷酮 K90。

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

准确称取 0.1g 左右的样品并置于干净的消化管中。

3.3、消解

向样品和空白消化管中加入 1 个 3.2g 催化剂片 (五水硫酸铜: 硫酸钾为 1: 15) 和 10mL 浓硫酸, 随后上机消解, 消解程序如表一:

表一 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	420	60

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 K1160 全自动凯氏定氮仪进行检测, 定氮仪参数设置如表二:

表二 K1100 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定液/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.1073	30	40	40	5	100

四、测试结果

样品经消解和上机测试，样品中氮含量如表三所示：

表三 样品氮含量表

样品名称	称样量/g	空白体积 /mL	滴定体积 /mL	干基氮含量 /%	均值/%	RSD/%
聚乙烯吡咯烷酮 K25	0.1074	0.0735	7.9707	12.228	12.300	0.75
	0.1068		7.9514	12.267		
	0.1054		7.9351	12.404		
聚乙烯吡咯烷酮 K90	0.1061		8.2044	12.123	12.221	0.73
	0.1057		8.2908	12.298		
	0.1034		8.0814	12.242		

五、结论

测试结果表明，K1100 全自动凯氏定氮仪可用于聚乙烯吡咯烷酮 K25 和 K90 样品中氮含量的测定。

六、参考标准

[1] 《中国药典 2025 版 0704 氮测定法》