

凯氏定氮仪测定溶聚丁苯橡胶的氮含量

一、前言

溶聚丁苯橡胶，由丁二烯、苯乙烯为主要单体，在烃类溶剂中，采用有机锂化合物作为引发剂，引发阴离子聚合制得的聚合物胶液，加入抗氧剂等助剂后，经凝聚、干燥等工序而生产出产品胶。溶聚丁苯橡胶具有耐磨、耐寒、生热低、收缩性低、色泽好、灰分少、纯度高以及硫化速度快等优点，兼具有滚动阻力小，抗湿滑性和耐磨性能优异等优点，在轮胎工业，尤其是绿色轮胎、防滑轮胎、超轻量轮胎等高性能轮胎中具有广泛的应用。本实验使用凯氏定氮法对溶聚丁苯橡胶中的氮含量进行测定。

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，混合催化剂（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

将样品用剪刀剪成 2mm 左右的碎块，称取剪碎的样品 0.2g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），沿消化管壁加入浓硫酸 10mL。

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℃	60min
2	冷却	20min

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	40mL	5min	100%	—	0.1000mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的溶聚丁苯橡胶样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 氮含量测试结果

样品名称	样品重量	氮含量	平均值	RSD
溶聚丁苯橡胶	0.2364g	0.0171%	0.0172%	0.34%
	0.2281g	0.0172%		
	0.2252g	0.0171%		

4.2、结论

本次测试的溶聚丁苯橡胶的氮含量为 0.0172%、RSD 值为 0.34%，结果平行性良好。

五、注意事项

若使用 SH220F 和 SH420F 石墨消解炉消解样品，可按照下表中升温曲线进行消解。

阶段	温度	保温
1	200℃	20min
2	420℃	90min