

凯氏定氮仪测定丁腈胶乳的氮含量

1 前言

丁腈胶乳是一种化学原料，某些应用领域需要了解其中的氮含量。现在依据《SH/T 1503-2014 丁腈胶乳中结合丙烯腈含量的测定》来测试某丁腈胶乳中的氮含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪，SH520 自动消解仪，分析天平。

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，40%氢氧化钠，催化剂片（3g 硫酸钾+0.2g 硫酸铜），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 取样

将经过前处理的样品剪碎，用称量纸包裹约 0.1g 左右（精确值 0.1mg）的样品，置于消化管中。加入 2 片催化剂片，沿壁加入硫酸 20mL，消解。

3.2 消解

利用自动消解仪进行消解，将消化管放入消解炉，盖上排气罩，连接废气吸收系统，设定消解参数如下表 1：

表 1 消解参数设置

阶段	温度/℃	保持/min
1	420	90

3.3 测试

将消化管放置于凯氏定氮仪上，定氮仪参数设置如表 2：

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
20mL	20mL	60mL	5min	100%	0.1112mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品	样品重量(g)	氮含量 (%)	平均值(%)	RSD(%)
丁腈胶乳	1.0365	7.3007	7.3251	0.3
	0.9873	7.3429		
	1.1172	7.3318		

4.2 结论

测试结果显示该丁腈胶乳中氮含量平均值为 7.33%，且平行性较好，RSD≤0.5%。

参考文献

[1] SH /T 1503-2014 丁腈胶乳中结合丙烯腈含量的测定[S].