

凯氏定氮仪测定丁腈橡胶的氮含量

一、前言

丁腈橡胶是由丁二烯和丙烯腈经乳液聚合法制得的，丁腈橡胶主要采用低温乳液聚合法生产，耐油性极好，耐磨性较高，耐热性较好，粘接力强。广泛用于制各种耐油橡胶制品、多种耐油垫圈、垫片、套管、软包装、软胶管、印染胶辊、电缆胶材料等，在汽车、航空、石油、复印等行业中成为必不可少的弹性材料。本实验参照《ISO 24698-1 丁腈橡胶中丙烯腈含量的测定》使用凯氏定氮法对丁腈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

将橡胶样品用剪刀剪成 1mm 大小的方块，称取样品 0.1g（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

实验选取的丁腈橡胶样品经消解、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
丁腈橡胶	0.1192g	8.634%	8.635%	0.28%
	0.1223g	8.611%		
	0.1034g	8.660%		

4.2、结论

本次测试的丁腈橡胶的氮含量为 8.635%、RSD 值为 0.28%，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℃	30min
2	420℃	80min