

索氏提取仪测定造粒促进剂 H 的甲苯溶解物含量

一、前言

促进剂 H 又称乌洛托品，是一种具有金刚烷结构的高度对称的含氮有机物，常用作橡胶的硫化促进剂。工业上所使用的促进剂 H 成品一般由乌洛托品和载体构成，因为其在甲苯中的溶解物不同，所以可以用甲苯将成品中的促进剂 H 分离出来（促进剂 H 难溶于甲苯），进而测定促进剂 H 及甲苯可溶物的含量。本方案给出了利用索氏提取仪测定促进剂 H 样品中甲苯溶解物含量的方法。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

SOX606 索氏提取仪，分析天平，离心机等

2.2、试剂

甲苯（分析纯），去离子水，丙酮（分析纯）

三、实验方法

3.1、仪器准备

将溶剂杯分为两个批次，清洗干净并烘干至恒重，记录下第二批溶剂杯的空重为 M_0 。

3.2、取样及添加试剂

准确称取样品 5g 左右（精确至 0.1mg），记为 M 后加入第一批溶剂杯中，加入 100ml 甲苯。

3.3、抽提

将加好样品和溶剂的溶剂杯放置于仪器相应位置，设置抽提程序如下表：

抽提温度	140℃	试剂回收	关
抽提时间	150min		

3.4、离心

将抽提完成后溶液的上层清液小心倒入 100ml 离心管中，用 20ml 热甲苯分两次洗涤溶剂杯中的残渣，并将洗涤液一并倒入离心管中。设置离心机转速 3000r/min，离心 10min。

3.5、蒸干甲苯

将离心后的上清液小心倒入第二批溶剂杯中，将溶剂杯放置于仪器相应位置，设置抽提程序如下：

抽提温度	140℃	试剂回收	开
抽提时间	0min	回收时间	60min

3.6、洗涤

用 25ml 去离子水洗涤蒸干后的残渣，并煮沸 1min，倒掉水。待溶剂杯冷却，用 10ml 丙酮洗涤残渣，

倒掉丙酮。

3.7、计算

将溶剂杯放入 100℃烘箱中烘干至恒重，记录其质量为 M_1 ，按照一下公式计算甲苯溶解物的含量：

$$\text{甲苯溶解物 (\%)} = (M_1 - M_0) / M \times 100$$

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的造粒促进剂 H 样品经抽提、离心、蒸干后，得到实验结果如表 3 所示：

样品	称样量/g	溶剂杯空重/g	抽提后总重/g	甲苯溶解物含量/%	均值/%	RSD
促进剂 H	5.0294	79.7543	80.9257	23.29	22.37	3.15%
	5.0909	79.2460	80.3495	21.68		
	5.0602	79.4525	80.5921	22.52		
	5.0498	79.9837	81.0942	21.99		

4.2、结论

本次测试的造粒促进剂 H 的甲苯溶解物含量为 22.37%，RSD 值为 3.15%，结果平行性良好。