

凯氏定氮仪测定液体橡胶中的氮含量

一、前言

液体橡胶是一种相对分子质量在 2000-10000 之间，在室温下为粘稠状流动性液体的低聚物，经过适当化学反应可形成三位网状结构。含氮量一定程度上反映了液体橡胶的聚合度分布，是考量液体橡胶质量和适用性的重要参数之一。本实验使用凯氏定氮法对液体橡胶中的氮含量进行测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100 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（3g K_2SO_4 、0.2g $CuSO_4$ ），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

三、实验方法

3.1、样品制备

称取烘干、粉碎后样品 0.3g（精确至 0.1mg）加入消化管，再加入混合催化剂 3.2g，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℃	90min
2	冷却	30min

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	30mL	5min	100%	6.25	0.1116mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的液体橡胶样品经消解、蒸馏、滴定，得到实验结果如表 3 所示：

表 3 蛋白质含量测试结果

样品	称样/g	氮含量/%	均值/%	RSD
液体橡胶	0.3012	7.198	7.217	0.30%
	0.3005	7.247		
	0.3028	7.205		
	0.3003	7.219		

4.2、结论

本次测试的液体橡胶样品的氮含量为 7.217%，RSD 值分为 0.30%，结果平行性良好。