

凯氏定氮仪测定丁腈胶乳中的丙烯腈含量

1 前言

丁腈胶乳为丁二烯与丙烯腈乳液聚合制得的胶乳。按丙烯腈质量百分含量分为高腈(35%~45%)、中腈(25%~33%)、低腈(20%~25%)三种。丁腈胶乳主要用作胶粘剂和耐油、耐溶剂浸渍制品。本实验参照《SH/T 1503-2014 丁腈胶乳中结合丙烯腈含量的测定》中的方法对丁腈胶乳中的丙烯腈含量进行测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，SH420F 石墨消解仪，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，400g/L 氢氧化钠，混合催化剂（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液

3 实验方法

3.1 样品制备

在搅拌下，向盛有 150mL 乙醇的烧杯中逐滴加入约含 5g 固体丁腈橡胶的丁腈胶乳，胶乳凝聚后继续搅拌 5min，将烧杯中的物料倒在干净的筛子（150 μ m）中得到凝聚物。再将得到的凝聚物与 100mL 新鲜的乙醇倒入烧杯中并搅拌 5min，将烧杯中的物料倒在筛子中得到凝聚物。然后将凝聚物在 100 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C 的烘箱中烘干 2h，取出放入干燥器中冷却，备用。

3.2 取样

将烘干的样品用剪刀剪成小块后精密称取 0.2g 样品，使用称量纸包裹样品，加入消化管中。加入混合催化剂 3.2g，加入浓硫酸 10ml。

3.3 消解

设定消解参数

表 1 消解参数设置

阶段	温度/ $^{\circ}$ C	保持/min
1	280	30
3	420	90

3.4 测试

表 2 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	蛋白系数	滴定酸浓度
20mL	50mL	40mL	5min	100%	0	0.1144mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 丁腈胶乳中的丙烯腈含量测试结果

样品名称	样品质量 g	滴定体积	丙烯腈含量%	平均值/%	固形物含量%	乳液丙烯腈含量%
丁腈胶乳	0.1957	9.6841	59.040	58.939	43.68	25.745
	0.2133	10.5130	58.881			
	0.2051	10.1520	59.101			
	0.1992	9.8040	58.733			
空白	-	0.1565	-	0.1560	-	-
	-	0.1555	-		-	-

4.2 结论

结果表明，本次测试的丁腈胶乳中的丙烯腈含量为 25.745%。属低腈(20%~25%)类丁腈胶乳。

参考文献

[1] SH/T 1503-2014 丁腈胶丙烯腈含量的测定[S].