

凯氏定氮仪测定橡胶促进剂 DPG、DPG-80 的氮含量

一、前言

DPG，即二苯胍，其化学式为 $C_{13}H_{13}N_3$ ，常温下为微溶于水的白色颗粒，是橡胶工业中常用的一种橡胶硫化促进剂。橡胶经硫化后耐磨性能、抗拉伸性能、抗腐蚀性能等均明显提升。因此，DPG 作为硫化过程的功能作用物直接影响橡胶产品的质量，氮元素含量是考量二苯胍纯度的重要指标。工业上常用 EPDM 塑胶等材质作为载体负载 DPG，以增强促进剂的结构刚性和有效接触面积。本方案给出了利用凯氏定氮法测定 DPG、DPG-80 中氮含量的方法，其中 DPG 的理论氮含量为 19.88%，DPG-80 的理论氮含量为 16.28%。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

K1100F 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

将样品放置于烘箱中，设定温度 105℃ 烘干 1.5h，称取烘干后的样品 0.1g（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

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	25mL	5min	100%	-	0.1115mol/L

四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验选取的重组III型胶原蛋白敷料贴、液体敷料、凝胶敷料经消解、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/g	氮含量/%	平均值/%	RSD/%
DPG	0.1090	19.533	19.473	0.43
	0.1080	19.541		
	0.1075	19.361		
	0.1017	19.458		
DPG-80	0.1022	16.855	16.856	0.02
	0.1046	16.854		
	0.1015	16.857		
	0.1039	16.861		

4.2、结论

本次测试的 DPG 氮含量平均值为 19.473%，推算 DPG 纯度为 98%，RSD 值为 0.43%，平行性良好；DPG-80

的氮含量平均值为 16.856%，推算 DPG 掺杂偏差为+3.54%，RSD 值为 0.02%，平行性良好。

海能技术

海能技术

海能技术

海能技术

海能技术

海能技术

海能技术