

凯氏定氮仪测定天然橡胶中的氮含量

一、前言

天然橡胶作为重要的工业原材料，广泛应用于轮胎、胶管、密封件等领域，其品质直接影响下游产品的性能与安全。在天然橡胶的生产与加工过程中，含氮化合物（如蛋白质残留、防老剂等）的存在可能影响橡胶的硫化特性、耐老化性及生物相容性。因此，快速、精准地测定天然橡胶中的氮含量，对优化生产工艺、评估原料纯度及保障终端产品质量具有重要意义。

本方案参照国标《GB/T 8088-2008 天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定》，使用凯氏定氮仪测定天然橡胶中的氮含量，为天然橡胶生产商与质检机构提供标准化的分析流程，助力产品质量提升与行业规范化发展。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

K1100 全自动凯氏定氮仪、SH420F 石墨消解仪、分析天平等。

2.2 试剂

甲基红、溴甲酚绿、硼酸、氢氧化钠、无水硫酸钾、五水合硫酸铜、浓硫酸、氧化镁、高氯酸。

2.3 样品

天然橡胶 1#和天然橡胶 2#。

三、实验方案

3.1 试剂配制

- (1) 甲基红溶液 (1g/L)：称取 100mg 甲基红溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。
- (2) 溴甲酚绿溶液 (1g/L)：称取 100mg 溴甲酚绿溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100mL。
- (3) 甲基红-溴甲酚绿溶液：将甲基红试液与溴甲酚绿试液按照体积比为 1:5 进行混合。

(4) 硼酸溶液 (20g/L) :称取 100g 硼酸, 加水溶解后并稀释至 5L。按照 100:1 的比例向 5L 硼酸溶液中加入 50mL 甲基红-溴甲酚绿试液并搅拌均匀。

(5) 氢氧化钠溶液 (40g/L) :称取 200g 氢氧化钠加水溶解后, 冷却, 并稀释至 5L。

3.2 样品称量

称样前将样品剪成 0.5cm 左右的小块, 随后准确称取 0.5g (精确至 0.1mg) 左右的样品, 并转移至洁净的消化管中。

3.3 消解

向空白及样品消化管中加入 0.2g 硫酸铜、3g 硫酸钾和 15mL 浓硫酸后上机消解, 消解程序如表二:

表二 SH420F 石墨消解仪消解程序设置

阶段	温度梯度/°C	保温时间/min
1	220	20
2	420	150

3.4 蒸馏与滴定

待消解程序完成, 消化管冷却并无酸雾后, 上凯氏定氮仪检测, 定氮仪参数设置如表三:

表三 K1100 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定液/ (H ⁺) mol/L	硼酸/mL	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min
0.1044	30	40/50	40	5

注: 由于样品消解过程消耗了部分硫酸, 样品管测试加入 40mL 氢氧化钠即可, 而空白管由于耗酸量较少, 则加入 50mL 氢氧化钠。

四、测试结果

样品经消解和上机测试, 2 种天然橡胶样品中氮含量如表四所示:

表四 样品氮含量表

样品名称	称样量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	氮含量/%	氮含量均值/%	精密度/%
1#	0.5034	0.0955	1.3494	0.3643	0.3677	1.82
	0.5108		1.3911	0.3710		
2#	0.5283		1.2875	0.3300	0.3281	1.18
	0.5374		1.2938	0.3261		

注：表中精密度的计算方式为两次独立测试结果的绝对差值与其算数平均值的比值。

五、结论

由结果可知，K1100 全自动凯氏定氮仪可用于天然橡胶样品中的氮含量测试，测试结果精密度均符合相关国标的要求。

六、参考标准

[1] 《GB/T 8088-2008 天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定》