

使用半自动定氮仪测定天然橡胶氮含量方法的优化

丁小芳,吴文康,冯富强,唐海龙

(海南先进天然橡胶复合材料工程研究中心有限公司,海南 澄迈 571924)

摘要:对使用半自动定氮仪测定天然橡胶氮含量的方法进行优化,试验方法1为0.5 g胶料+3.25 g混合催化剂+70 mL氢氧化钠溶液+50 mL硼酸溶液吸收;试验方法2为0.1~0.2 g胶料+0.65 g混合催化剂+20 mL氢氧化钠溶液+20 mL硼酸溶液吸收。结果表明:试验方法1和2测得的胶料氮含量基本一致,均可行;但与试验方法1相比,试验方法2具有用时短、效率高、成本低和安全可靠的优点。

关键词:半自动定氮仪;天然橡胶;氮含量

中图分类号:TQ330.7⁺2;TQ332.5

文献标志码:B

文章编号:2095-5448(2019)09-0530-03

DOI:10.12137/j.issn.2095-5448.2019.09.0530

蛋白质是由碳、氢、氧、氮和硫等元素构成的一种结构很复杂的有机化合物,也是构成天然橡胶(NR)粒子保护层的重要物质。蛋白质对NR性能影响较大^[1-3],一方面它的分解产物可以促进NR的硫化,延缓NR的老化,延长NR制品的使用寿命;另一方面它又具有较强的吸水性,能增加NR生胶及其制品的吸水性能和导电性能,容易使NR生胶及其制品发霉,且不利于制作绝缘性的电工器材。因此,测定NR标准胶的氮含量,对了解NR标准胶及其制品性能、确定NR标准胶的使用范围有重要意义。

我公司现用的半自动定氮仪测定NR氮含量方法虽然稳定性好,但效率低、成本高。随着检测量的加大,需要快速准确地测试NR氮含量,优化测试方法显得尤为迫切。本工作主要对使用半自动定氮仪测定NR氮含量的方法进行优化,以期提高检测效率、降低检测成本。

1 实验

1.1 主要原材料

1.1.1 胶料

胶料的选取主要从两方面考虑:一是胶料等

作者简介:丁小芳(1975—),女,山东蓬莱人,海南先进天然橡胶复合材料工程研究中心有限公司工程师,主要从事天然橡胶初加工及性能检测工作。

E-mail:251605033@qq.com

级;二是氮含量。综合考虑,确定本试验选用的胶料分别为海南天然橡胶产业集团股份有限公司生产的10[#] NR标准胶(简称SCR-RT10)、全NR乳胶(简称SCR-WF)、胶清胶(简称SCR-G)、复合胶A(SCR-RT10与SCR-G按质量比19:1混合)、复合胶B(SCR-RT10与SCR-G按质量比9:1混合)以及实验室自制的废水胶。

1.1.2 试剂

硫酸钾(增沸剂),分析纯;五水合硫酸铜(催化剂),分析纯,西陇化工股份有限公司产品。浓硫酸(炭化及参与反应),分析纯;硫酸(用于滴定),优级纯,西陇科学股份有限公司产品。硒粉(催化剂),分析纯;氢氧化钠(与硫酸铵和硫酸氢铵反应释放出氨),分析纯;硼酸(吸收蒸馏出的氨),分析纯,普通市售品。混合催化剂,由硫酸钾、五水合硫酸铜和硒粉按质量比30:4:1混合制得;指示剂(用于终点的判定),由0.1 g甲基红和0.05 g亚甲基蓝溶于100 mL质量分数为0.96的乙醇中制得,实验室自制。

1.2 半自动定氮仪工作程序

设备启动后会运行自检程序,通过自检后最终程序被调入;在蒸馏单元中插入试管,将装有接收液的锥形瓶放到接收管里,并按开始按钮启动分析,同时稀释水从桶中经由泵进入试管,当达到安全时间时碱液从桶中经由泵进入试管;在一个延时后,蒸汽阀打开并输送蒸汽到试管中,同时冷

却水阀开启输送水到冷凝器;释放的氨气在冷凝器中被冷凝,然后输送到有接收液的接收液瓶;蒸馏完成后取出,手动进行滴定。

1.3 配套仪器

配套仪器包括:分度值为0.1 mg的天平、250 mL的消化管、量程为10 mL的多标移液管、250 mL的锥形瓶、量程为5 mL的滴定管和消化炉。

1.4 试验原理及方法

1.4.1 试验原理

蛋白质是由多种氨基酸组成的物质,可以用某些化学试剂将蛋白质的组织破坏,使之分解出氮,通过固氮手段测定总氮含量。将已知质量的试样与硫酸、硫酸钾以及硫酸铜和硒粉所组成的催化剂一起进行消化。在这个过程中,氮化合物转化成硫酸铵和硫酸氢铵。加氢氧化钠使消化液呈碱性,然后蒸馏出氨。蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收,然后用酸标准溶液滴定。

1.4.2 试验方法

按照GB/T 8088—2008《天然生胶和天然胶乳氮含量的测定》测定氮含量。

试验方法1:将0.5 g胶料+3.25 g混合催化剂+15 mL浓硫酸在消化管中浸泡8~24 h,浸泡好的试样在消化炉中进行消化,先在150 °C下加热2 h使试样失水炭化,再缓慢加热升温至380 °C高温消化直至消化液呈清澈的蓝绿色,在380 °C下继续加热1 h;消化完成后进行蒸馏,加80 mL水和70 mL浓度为10 mol·L⁻¹的氢氧化钠溶液,用80%的蒸馏量蒸馏260 s;用50 mL浓度为0.17 mol·L⁻¹的硼酸溶液和2滴混合指示剂溶液吸收;馏出液用浓度为0.05 mol·L⁻¹的硫酸进行滴定。

试验方法2:将0.1~0.2 g胶料+0.65 g混合催化剂+3 mL浓硫酸加入消化管内,不需要浸泡,直接放到消化炉中缓慢加热至420 °C进行消化,直至消化液呈清澈的蓝绿色,在420 °C下继续加热30 min;消化完成后进行蒸馏,加20 mL水和20 mL浓度为10 mol·L⁻¹的氢氧化钠溶液,用80%的蒸馏量蒸馏260 s;馏出液用20 mL浓度为0.17 mol·L⁻¹的硼酸溶液和2滴混合指示剂溶液吸收;用浓度为0.01 mol·L⁻¹的硫酸进行滴定。

2 结果与讨论

两种试验方法测定的胶料氮含量见表1。

表1 两种试验方法测定的胶料

项 目	氮含量					g·(100 g) ⁻¹
	SCR-RT10	SCR-WF	SCR-G	复合胶A	复合胶B	
试验方法1						
1	0.35	0.49	1.67	0.58	0.74	0.94
2	0.36	0.49	1.67	0.58	0.75	0.95
3	0.36	0.49	1.68	0.57	0.75	0.95
4	0.36	0.48	1.67	0.57	0.75	0.95
5	0.36	0.49	1.67	0.57	0.76	0.95
6	0.36	0.49	1.68	0.57	0.76	0.96
7	0.37	0.49	1.67	0.57	0.76	0.94
8	0.36	0.49	1.67	0.58	0.76	0.95
平均值	0.36	0.49	1.67	0.57	0.75	0.95
试验方法2						
1	0.36	0.49	1.68	0.59	0.75	1.00
2	0.37	0.49	1.68	0.61	0.76	0.98
3	0.37	0.48	1.68	0.59	0.77	0.97
4	0.38	0.50	1.69	0.58	0.77	0.98
5	0.37	0.50	1.67	0.59	0.77	0.98
6	0.37	0.50	1.69	0.61	0.77	0.97
7	0.37	0.49	1.68	0.60	0.77	0.96
8	0.37	0.49	1.68	0.58	0.77	0.97
平均值	0.37	0.49	1.68	0.60	0.77	0.98

从表1可以看出,两种试验方法测得的胶料氮含量基本一致,表明两种试验方法均可行。但是试验方法1与试验方法2对比具有以下特点。

(1) 试验方法1消化1组试样和冷却需要时间约为5 h,1个班只能消化1组共4个试样。试验方法2消化1组试样和冷却需要时间约为3 h,一个班可消化2组共8个试样,试验方法2效率比试验方法1翻倍。

(2) 试验方法1所用试剂和产生的废液约是试验方法2的5倍,成本较高。

(3) 试验所用试剂具有一定的危险性,试验方法1所用试剂较多,消化时消化液上冲,容易溢出,存在安全隐患,且蒸馏时液体上冲力大,加速了消化管接头的老化;试验方法2所用试剂少,可以解决试验方法1中存在的问题。

3 结语

对使用半自动定氮仪测定天然橡胶氮含量方

法进行优化。试验方法1(0.5 g胶料+3.25 g混合催化剂+70 mL氢氧化钠溶液+50 mL硼酸溶液吸收)和试验方法2(0.1~0.2 g胶料+0.65 g混合催化剂+20 mL氢氧化钠溶液+20 mL硼酸溶液吸收)测得的胶料氮含量相当,均可行;但与试验方法1相比,试验方法2具有用时短、效率高、成本低和安全可靠等优点。

参考文献:

- [1] 林广义,孔令伟,井源,等.不同产地天然橡胶标准胶的微观结构和性能[J].橡胶工业,2018,65(6):605-611.
- [2] 黄红海,桂红星,黄茂芳,等.脱蛋白天然橡胶的性能研究[J].橡胶工业,2018,65(9):1012-1015.
- [3] 许浩,唐海龙,苍飞飞.天然橡胶非胶组分的研究[J].轮胎工业,2018,38(10):627-630.

收稿日期:2019-07-17

Optimization on the Determination Method of Nitrogen Content of NR by Semi-automatic Azotometer

DING Xiaofang, WU Wenkang, FENG Fuqiang, TANG Hailong

(Hainan Advanced Natural Rubber Composite Engineering Research Center Co., Ltd, Chengmai 571924, China)

Abstract: The determination method of nitrogen content of NR by semi-automatic azotometer was optimized. In the test method 1, 0.5 g rubber compound was used with 3.25 g mixed catalyst, 70 mL sodium hydroxide solution, and 50 mL boric acid solution for absorption. In the test method 2, only 0.1~0.2 g rubber compound was needed with 0.65 g mixed catalyst, 20 mL sodium hydroxide solution, and 20 mL boric acid solution for absorption. The results showed that the nitrogen contents measured by these two methods were consistent. However, compared with test method 1, the testing time of method 2 was shorter, the efficiency was higher, the cost was lower, the testing procedure was more safe, and the test was more reliable.

Key words: semi-automatic azotometer; NR; nitrogen content

伊士曼Crystex不溶性硫黄品牌成立75周年

日前,伊士曼Crystex™不溶性硫黄品牌迎来了75周年庆。Crystex品牌始于1944年,当时的Stauffer化学公司决定为其不溶性硫黄产品申请专利。Crystex由“No Crystals”和“Crystals-X”衍生而来,名称描述了产品功能以及为轮胎制造商带来的益处。后来Crystex品牌不断发展,推出了高热稳定性等级的产品,Crystex逐渐以能够为轮胎提供强大的性能而闻名。

伊士曼轮胎添加剂业务技术总监Brock Thomas博士表示:“Crystex的历史源于其技术领导地位。从最初的专利申请到荣获2019年国际轮胎技术展年度轮胎技术创新和卓越奖提名,Crystex的发展历程处处体现出其助力客户更有效制造轮胎的宗旨。”

Crystex品牌在50周年时推出了改良的分散

性等级产品,这是该品牌的另一个里程碑,它为橡胶混炼提供了加工优势且不损失关键性能。2012年伊士曼收购首诺后,Crystex品牌成为伊士曼产品组合的一部分。自此伊士曼一直致力于推进Crystex技术创新,以满足轮胎和橡胶行业不断增长的需求。

伊士曼轮胎添加剂业务副总裁兼总经理Gunes Celik指出:“新的创新承载着品牌的使命,必须达到极高标准,并能够实现Crystex在业界一向闻名的性能和质量水平。”

由伊士曼技术中心开发的新产品Crystex Cure Pro延续了这一传承。随着轮胎制造商寻求能源、劳动力和成本的优化,生产效率的提高成为原料选择的重要因素。Crystex Cure Pro可在确保质量的同时提高生产效率,具有独特优势。

(王璐)