

准曲线如图 2 所示。由图 2 可见,回归曲线呈良好的线性关系,标准曲线方程为 $Y=0.045\ 6X-0.017\ 7$,相关因数为 0.999 9。

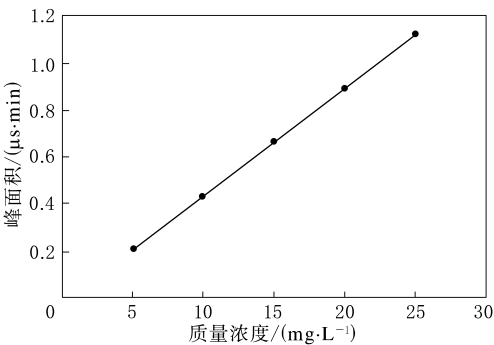


图 2 NO₃⁻测定的标准曲线

2.5 精密度和检出限

采用外标法,以 NO₃⁻的保留时间定性、峰面积定量,测定质量浓度为 23 mg · L⁻¹的 NO₃⁻标准溶液 8 次,结果见表 1。由表 1 可见,试验结果的相对标准偏差为 0.49%,表明方法的重复性好,精密度高。

在与试样测定完全相同的条件下,重复 10 次空白试验,其结果的3倍标准偏差相对应的被测

表 1 方法精密度试验结果

项 目	NO ₃ ⁻ 质量浓度/ (mg · L ⁻¹)	项 目	NO ₃ ⁻ 质量浓度/ (mg · L ⁻¹)
测定结果		6	23.61
1	23.57	7	23.41
2	23.46	8	23.50
3	23.47	平均值	23.46
4	23.41	标准偏差	0.116
5	23.26	相对标准 偏差/%	0.49

组分的量即为该方法的检出限。本方法 NO₃⁻的检出限为 0.06 mg · L⁻¹。

2.6 对比试验

为验证氧弹燃烧-离子色谱法测定 NR 中氮含量的效果,与国家标准^[1]规定的凯氏定氮法进行了对比试验,结果见表 2。由表 2 可见,氧弹燃烧-离子色谱法测定 NR 中氮含量与凯氏定氮法测定结果基本一致。

表 2 比对试验 NR 中氮质量分数测定结果

样 品	氧弹燃烧-离子色谱法	凯氏定氮法
烟胶片 1	0.35	0.30
烟胶片 2	0.37	0.40
标准胶	0.08	0.10

3 结语

采用氧弹燃烧-离子色谱法对 NR 中氮含量进行了测定,优化试验条件如下:充氧压力 2.0 MPa,充氧时间 3~4 min,吸收液 20 mL 0.1 mol · L⁻¹的氢氧化钾水溶液。色谱工作条件如下:淋洗液 4.5 mmol · L⁻¹碳酸钠/1.4 mmol · L⁻¹碳酸氢钠混合溶液,流速 1.0 mL · min⁻¹;进样量 10 μL。在此条件下所得色谱标准曲线线性相关因数为 0.999 9;测定结果的相对标准偏差小于 0.5%。该方法具有较高的灵敏度和精确度,而且具有选择性好、操作简单、对环境友好等特点。

参考文献:

[1] GB/T 8088—2008,天然生胶和天然乳胶 氮含量的测定[S].

收稿日期:2013-09-02

改性天然橡胶的制造方法

中图分类号:TQ332.5 文献标志码:D

由日本丰田合成株式会社申请的专利(公开号 CN 102858805A,公开日期 2013-01-02)“改性天然橡胶的制造方法”,涉及的改性天然橡胶的制造方法包括环氧化工序、除去工序和还原开环工序。在环氧化工序中,通过将主链上具有多个不饱和双键的衍生自植物的橡胶状聚合物分散于水中形成胶乳,然后加入有机过氧酸,有机过氧酸与橡胶状聚合物反应使其一部分不饱和双键

发生环氧化,从而得到环氧化橡胶状聚合物。在除去工序中,从胶乳中除去在环氧化工序中由有机过氧酸生成的衍生自有机过氧酸的物质,使胶乳中衍生自有机过氧酸的物质与环氧化橡胶状聚合物的质量比小于 35 : 100。在还原开环工序中,在 pH 值为 7~8 的条件下,并且在有机酸盐的存在下,使胶乳中环氧化橡胶状聚合物中残留的不饱和双键的一部分或全部还原,同时使环氧化橡胶状聚合物的环氧基部分或全部开环。

(本刊编辑部 赵 敏)