

凯氏定氮仪测定己内酰胺中的挥发性碱含量

代志鹏, 王肇中, 王梦洁

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要:使用凯氏定氮仪测定己内酰胺中的挥发性碱含量, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 己内酰胺; 挥发性碱

己内酰胺的分子式是 $C_6H_{11}NO$, 外观为白色粉末或结晶体, 有油性手感。己内酰胺是重要的有机化工原料之一, 主要用途是通过聚合生成聚酰胺切片(通常叫尼龙-6 切片, 或锦纶-6 切片), 可进一步加工成锦纶纤维、工程塑料、塑料薄膜。本实验参照《GB/T 13255.4-2009 工业用己内酰胺试验方法 第4部分: 挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法》对己内酰胺中的挥发性碱含量进行测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪, 分析天平。

1.2 试剂

20g/L 硼酸溶液, 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 氢氧化钠 (160g/L), 0.01mol/L 硫酸标准滴定液。

2 实验方法

2.1 取样

称取样品 20g, 加入消化管。并用 20mL 纯水冲洗消化管壁。

2.2 测试

表 1 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	0mL	10mL	5min	100%	713.78	0.1204mol/L

3 结果与讨论

3.1 实验结果

表 2 己内酰胺中的挥发性碱含量测试结果

样品名称	取样重量 g	滴定体积 mL	挥发性碱含量	平均值 mmol/kg
己内酰胺	20.2412	0.0722	0.23	0.22
	20.1881	0.0714	0.22	
	20.1127	0.0714	0.22	

3.2 结论

测试结果显示本次测试的己内酰胺中挥发性碱含量为 0.22mmol/kg。

4 注意事项

因挥发性碱含量与氮含量计算公式不同，若要仪器结果显示挥发性碱含量，可在方法编辑设置结果显示单位 Protein%，蛋白系数输入 713.78 即可。该系数可由下列两公式计算得出。

$$\text{仪器内置蛋白质含量计算公式 } w(\%) = \frac{0.01401 \times c \times (V - V_0)}{m} \times 100 \times F$$

$$\text{挥发性碱含量计算公式 } x(\text{mmol/kg}) = \frac{c \times (V - V_0)}{m} \times 1000$$

参考文献:

- [1] GB/T 13255.4-2009 工业用己内酰胺试验方法 第 4 部分:挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法[S].
- [2] GB/T 13254-2008 工业用己内酰胺[S].