

# 凯氏定氮法测定己内酰胺中的挥发性碱含量

## 一、前言

测定己内酰胺中挥发性碱含量具有重要的质量控制与工艺评估意义。挥发性碱通常来源于生产过程中未反应完全的原料、副反应产物或分解生成的低分子碱性物质，如氨及其衍生物。这些碱性物质的存在不仅会影响己内酰胺产品的纯度，还可能在后续聚合过程中对反应体系产生不利影响，例如引发副反应、影响聚合速率及分子量分布，从而降低最终尼龙-6 产品的性能与稳定性。

此外，挥发性碱含量也是评价生产工艺稳定性和优化程度的重要指标。若该指标偏高，往往提示反应条件控制不当或精制分离过程存在不足，需要对工艺参数进行调整。因此，通过对挥发性碱的定量测定，可以及时发现生产过程中的异常情况，为工艺改进提供依据。

在质量检验方面，该指标还可作为产品放行的重要参考之一，有助于保证不同批次产品的一致性。同时，在储存和运输过程中，挥发性碱的变化也可反映样品的稳定性情况。综上所述，测定己内酰胺中挥发性碱含量对于保障产品质量、优化生产工艺以及指导实际应用具有重要意义。

本方案参照《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》，采用凯氏定氮法测定己内酰胺中的挥发性碱含量。

## 二、仪器与试剂

### 2.1、仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪，分析天平

### 2.2、试剂

20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，160g/L 氢氧化钠溶液，0.01mol/L 硫酸或盐酸标准滴定液（以氢离子浓度计）。

## 三、实验方法

### 3.1、样品称取

为保证测试及时性，尽量称取液态己内酰胺进行溶解。

在洁净的烧杯中加入 30mL 纯水，然后将烧杯置于分析天平上，称取 20g 己内酰胺于其中，并摇晃溶解。将溶解后溶液转移至消化管中，然后用 20mL 纯水润洗烧杯，洗液合并至消化管中。

在空白对照消化管中加入 50mL 纯水。

### 3.3、测试

消解完成，待样品冷却并不再冒酸雾后上机测试，定氮仪参数设置参见下表：

| 滴定酸浓度/<br>(H <sup>+</sup> ) mol/L | 硼酸<br>/mL | 氢氧化钠<br>/mL | 稀释水<br>/mL | 蒸馏时间<br>/min | 蛋白系<br>数 | 蒸汽流<br>量/% |
|-----------------------------------|-----------|-------------|------------|--------------|----------|------------|
| 0.01027                           | 25        | 40          | 0          | 20           | 713.78   | 25         |

仪器自动进行蒸馏、滴定、结果计算。其中，蛋白质系数为氮计算公式与挥发性碱计算公式相约后所得的转换系数。仪器显示结果即为挥发性碱的质量百分比含量。

## 四、结果与讨论

经过消解、蒸馏、滴定，三种己内酰胺样品的挥发性碱含量测试结果如下表：

| 样品     | 空白体积/mL | 称样量/g | 挥发性碱含量/% | 均值/%   | 精密度/%  |
|--------|---------|-------|----------|--------|--------|
| 己内酰胺-1 | 0.2146  | 20.05 | 0.2096   | 0.2148 | 0.008  |
|        |         | 20.13 | 0.2173   |        |        |
|        |         | 21.17 | 0.2176   |        |        |
| 己内酰胺-2 |         | 20.00 | 0.3367   | 0.3412 | 0.0076 |
|        |         | 20.35 | 0.3426   |        |        |
|        |         | 20.64 | 0.3443   |        |        |
| 己内酰胺-3 |         | 21.05 | 0.3820   | 0.3769 | 0.11   |
|        |         | 20.19 | 0.3785   |        |        |
|        |         | 20.60 | 0.3701   |        |        |

结果显示，己内酰胺 1、2、3 的挥发性碱含量分别为 0.2148%、0.3412%、0.3769%，三种样品的极差均小于 0.03%，符合参考国标对于测试重复性的要求。

## 五、注意事项

测定空白时，应保证两次空白的绝对差值不超过 0.05mL，否则应加测空白，直到最后两次空白的绝对差值不超过 0.05mL。

## 六、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]