

凯氏定氮仪测定双氧护理液中的二乙烯三胺五甲叉磷酸含量

一、前言

隐形眼镜双氧护理液作为高效、安全的镜片消毒产品，其核心功能依赖于一定浓度的过氧化氢。为确保产品的稳定性和佩戴者的安全性，防止过氧化氢在储存和使用过程中过快分解，并缓解其对眼部组织的潜在刺激，通常需要在其中添加高效的金属离子螯合剂作为稳定剂。二乙烯三胺五甲叉磷酸是一种优良的有机磷酸类螯合剂，能有效络合溶液中的金属离子，从而显著抑制过氧化氢的催化分解，对维持产品效能和安全性起着至关重要的作用。因此，建立一种准确、快速测定双氧护理液中 DTPMPA 含量的分析方法，对于产品质量控制、配方优化及生产过程监控具有极其重要的意义。

DTPMPA 作为一种有机胺多磷酸，其分子结构中含有多个氮原子。凯氏定氮法作为一种经典、可靠的氮含量测定技术，其原理是通过硫酸消解将有机氮转化为无机铵盐，再进行碱化蒸馏和滴定，从而精确计算样品中的总氮含量。

鉴于 DTPMPA 分子中氮元素含量恒定，其总氮含量与 DTPMPA 自身的质量存在明确的化学计量关系，本应用方案使用凯氏定氮仪对隐形眼镜双氧护理液中 DTPMPA 含量进行测试。该方法通过将样品中的有机氮定量转化为铵氮，并准确测定其含量，进而计算出 DTPMPA 的实际浓度，进而为相关生产企业及质检部门提供一种高效、可靠的质量控制手段。

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。

2.3、样品

双氧护理液 1#和 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 (400g/L): 称取 2000g 氢氧化钠加水溶解后, 冷却, 并稀释至 5L。

3.2、样品前处理

向每个中和小杯中各加入 10mL 的双氧护理液, 静置中和 6h。

3.3、称量

准确称取 100g (精确至 0.1mg) 中和后的护理液置于干净的消化管中, 随后将其置于 105°C 烘箱烘干水分。

3.4、消解

向空白及样品消化管中加入 1 个 4g 催化剂片和 10mL 浓硫酸, 消解程序如表一:

表一 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	30
2	420	50

3.5、蒸馏与滴定

待消解程序完成，消化管冷却并无酸雾后，使用 K1100 全自动凯氏定氮仪进行检测，定氮仪参数设置如表二所示：

表二 K1100 全自动凯氏定氮仪试验参数设置

滴定酸浓度/ (H ⁺) mol/L	硼酸	氢氧化钠/mL	稀释水/mL	蒸馏时间/min	蒸汽流量/%
0.02030	30	40	40	5	100

3.6、计算公式

$$w\% = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times M \times 14}{14 \times n \times 1000 \times V \times X\%} \times 100\%$$

W%:二乙烯三胺五甲叉磷酸的含量，单位为 (w/w)；

V: 待检样品称样量，g；

V₁: 样品管消耗滴定液体积 (mL)；

V₀: 空白管消耗滴定液体积 (mL)；

C: 滴定酸的氢离子浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

14:氮原子相对分子质量；

M: 理论条件下，二乙烯三胺五甲叉磷酸平均相对分子质量 573.2；

n:二乙烯三胺五甲叉磷酸平均相对分子质量中氮原子的个数 3；

X%: 二乙烯三胺五甲叉磷酸原料浓度。

四、测试结果

经消解和测试，样品中二乙烯三胺五甲叉磷酸含量如表三所示：

表三 样品中的二乙烯无甲叉磷酸含量

样品名称	称样量 /g	空白体积 /mL	滴定体积 /mL	二乙烯三胺五甲叉磷 酸含量/%	含量均值 /%	绝对差值 /%
双氧护理液 1#	102.2313	0.3968	1.4633	0.0081	0.0080	0.0002
	100.4352		1.4246	0.0079		
双氧护理液 2#	107.8635	0.2886	1.8098	0.0109	0.01085	0.0001
	100.3117		1.6888	0.0108		

五、实验结论

由测试结果可知，K1100 全自动凯氏定氮仪可用于双氧护理液样品中的二乙烯三胺五甲叉磷酸含量，测试结果平行性良好。