



本实验研究了用“Permaplex” A-20 和 C-20 离子交换膜电渗析提纯 9-氨基壬酸的操作条件如电压、循环液酸、碱浓度、电流密度等对 9-氨基壬酸收率的影响。

## 实 验 方 法

我們所用的三槽式电渗析器系用一厘米厚的聚氯乙烯板制的。阳极是石墨，阴极是铜板。电极间的距离约 4.6 厘米。其详细结构如图 1 所示。在阳极槽与中间槽之间装上阴离子交换膜(“Permaplex” A-20)与橡皮垫圈。在阴极槽与中间槽之间装上阳离子交换膜(“Permaplex” C-20)与橡皮垫圈。离子交换膜的有效面积是 49 平方厘米。用夹套将它夹牢，直至不漏水为止，然后按图 2 将整个电渗析仪器装好。启动真空泵，将浓度为

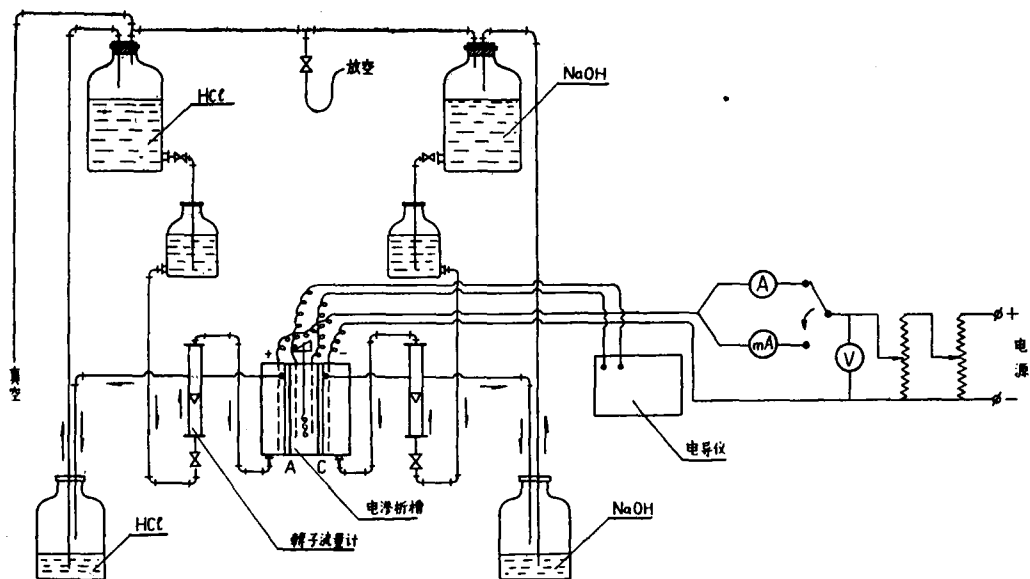


图 2 电渗析装置操作示意图

$0.0040 \pm 0.0002N$  的盐酸和浓度为  $0.00135 \pm 0.0002N$  的氢氧化钠溶液抽到酸、碱高位槽内。中间槽加入 100 毫升约含 3.5 克 9-氨基壬酸和 1.5 克氯化钠的待提纯的溶液。调节循环液盐酸和氢氧化钠的流量分别为 828 毫升/分和 480 毫升/分。开动搅拌器，接通直流电，控制一定的电压。让电流不断自动升高至所需大小，而不允许电流超过此值(此时的电流密度我们称它为最大电流密度)。电渗析进行到相当程度时，电流会自动下降。电渗析进行到指定的电导值时便可停止操作。在此操作过程中必须防止短路。

## 实 验 结 果

逐项改变操作条件，如循环液浓度、电压、最大电流密度、电渗析终点时的电导值等的实验，汇列如下：

中间槽电渗析液 pH 值的确定，我们采用一种较简便但误差较大的测定氨基酸等电点的方法<sup>[2]</sup>，即测定氨基酸的电离常数，代入公式

循环液浓度 HCl NaOH N	0.0040 ± 0.0002 0.00135 ± 0.0002	(0.5→5) × 0.0040 (0.5→5) × 0.00135	0.0040 0.00135	同左
循环液流量,毫升/分 HCl NaOH	828 480	同左	同左	同左
中间槽电渗液 pH	7.2—7.5	7.2—7.8	同左	7.5—7.8
电压,伏	50 → 90	65	同左	—
最大电流密度,毫安/厘米 <sup>2</sup>	—	—	—	5 → 18
电渗析终点时电导, 10 <sup>-8</sup> 欧姆 <sup>-1</sup> 厘米 <sup>-1</sup>	0.5—0.05	.05—0.09	8 → 0.08	.05—0.07
实验结果	图 3	图 4	表 1	图 5

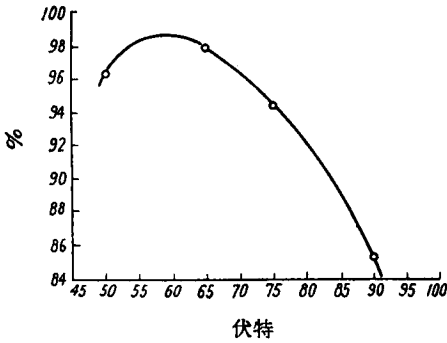


图 3 电压对 9-氨基壬酸收率的影响

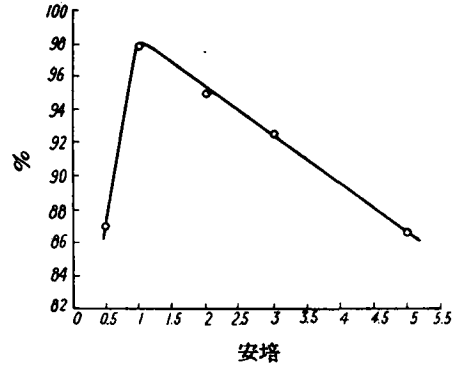


图 4 循环液盐酸和氢氧化钠浓度对 9-氨基壬酸收率的影响  
横座标 1 表示盐酸浓度为 0.0040N, 氢氧化钠浓度为 0.00135N, 总浓度改变时酸碱的浓度比不变

表 1 不同的电渗析终点对 9-氨基壬酸收率的影响

实验编号	电渗析液含		电渗析时间 分	电导值 10 <sup>-8</sup> 欧姆 <sup>-1</sup> 厘米 <sup>-1</sup>	溶液中氯化钠 克/100 毫升	溶液中 9-氨基壬酸 克/100 毫升	溶液中氯化钠/9-氨基壬酸 重量比	9-氨基壬酸收率 %
	9-氨基壬酸 %	氯化钠 %						
第一次取样								
14	3.520	1.528	40	8	0.353	3.328	0.106	94.6
15	3.520	1.528	40	8	0.412	3.458	0.119	98.2
16	3.520	1.528	40	7.5	0.381	3.368	0.113	95.7
平均值							0.112	96.2
第二次取样								
14	3.520	1.528	50	5	0.110	3.249	3.39 × 10 <sup>-3</sup>	92.3
15	3.520	1.528	50	5	0.137	3.464	3.95 × 10 <sup>-3</sup>	98.1
16	3.520	1.528	50	5	0.135	3.328	4.06 × 10 <sup>-3</sup>	94.5
平均值							3.8 × 10 <sup>-3</sup>	95.0
第三次取样								
14	3.520	1.528	60	0.5	0.008	3.017	0.27 × 10 <sup>-3</sup>	85.7
15	3.520	1.528	60	0.5	0.013	3.390	0.38 × 10 <sup>-3</sup>	96.4
16	3.520	1.528	65	0.5	0.004	3.266	0.13 × 10 <sup>-3</sup>	92.9
平均值							0.28 × 10 <sup>-3</sup>	91.7
第四次取样								
14	3.520	1.528	67	0.08	痕迹	2.960	0	84.2
15	3.520	1.528	66	0.08	痕迹	3.368	0	95.7
16	3.520	1.528	68	0.09	0.001	3.215	0.038 × 10 <sup>-3</sup>	91.8
平均值							0.013 × 10 <sup>-3</sup>	90.6

$$\text{pH} = \frac{\text{p}K_1 + \text{p}K_2}{2}$$

計算。我們測得 9-氨基壬酸的等电点約为 7.5, 此时在电渗析中将不向两极移动。我們的实验将中間槽电渗析液的 pH 值控制在 7.5—7.8 范围内。

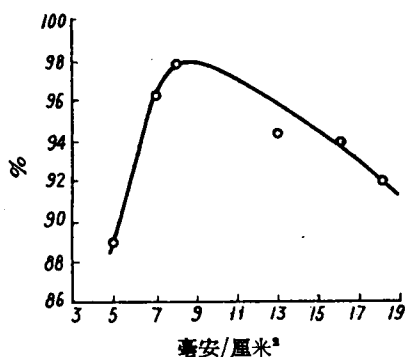


图 5 最大电流密度对 9-氨基壬酸收率的影响

从上述实验結果可以确定較适宜的电渗析操作条件如下:

1. 中間槽电渗析液的 pH 值应控制在 7.5—7.8;
2. 循环液盐酸浓度为  $0.0040 \pm 0.0002 N$ , 流量为 828 毫升/分; 循环液氫氧化鈉浓度为  $0.00135 \pm 0.0002 N$ , 流量为 480 毫升/分;
3. 电压为 65 伏;
4. 最大电流密度約为 8 毫安/厘米<sup>2</sup>。

如电导值在  $0.08—0.09 \times 10^{-3}$  欧姆<sup>-1</sup>厘米<sup>-1</sup> 时(我們所用的电导仪未經校正) 停止电渗析操作, 則 9-氨基壬酸的收率为 90.56%, 溶液中仅存在痕迹量的氯化鈉, 溶液中氯化鈉/9-氨基壬酸  $\approx 0.013 \times 10^{-2}$  (重量比)。如将电渗析終点提前, 即电渗析至电导值为  $5 \times 10^{-3}$  欧姆<sup>-1</sup>厘米<sup>-1</sup> 时停止电渗析操作, 此时, 溶液中氯化鈉/9-氨基壬酸  $\approx 4 \times 10^{-2}$  (重量比)。9-氨基壬酸收率虽高 (95%), 但灰分大于 0.1%。将三份在此操作条件下所得的溶液合并, 共約 300 克, 放置于烧杯中加热, 使其濃縮至溶液重量約为 89 克。靜置过夜, 所得結晶用布氏漏斗尽量滤干。取出滤餅, 置于烧杯中加蒸餾水至总重 63 克。加热溶解, 靜置 16 小时以上, 待結晶析出, 結晶时温度为 10—14°C。結晶用布氏漏斗尽量滤干, 取出滤餅于 60°C 下減压干燥, 得成品 7.2 克。熔点(已校正) 186—189°C, 灰分不大于 0.1%, 氯根含量甚微。两次結晶后之母液共含 9-氨基壬酸 2.8 克。将此母液与未进行电渗析除盐的溶液合并重新进行电渗析除盐操作。这样的結果, 9-氨基壬酸損失較少, 按  $[7.2 + (2.8 \times 0.95)] \times 100 / (3 \times 3.520)$  計算的收率为 93%。

此种方法提純含氯化鈉的 9-氨基壬酸, 基本上达到了中国科学院化学研究所<sup>[3]</sup> 提出的尼龙 9 单体(9-氨基壬酸) 质量規格建議的要求。

## 摘 要

用离子交换膜“Permaplex” C-20 和 A-20 电渗析法提純含氯化鈉的 9-氨基壬酸, 当每 100 毫升电渗析溶液中含 3.5 克 9-氨基壬酸及 1.5 克氯化鈉时, 优惠条件与实验結果如下:

1. 中間槽溶液的 pH 值为 7.5—7.8;
  2. 最大电流密度約为 8 毫安/厘米<sup>2</sup>; 电压为 65 伏;
  3. 阴极液——氫氧化鈉的浓度为  $0.00135 \pm 0.0002 N$ ; 阳极液——盐酸的浓度为  $0.0040 \pm 0.0002 N$ ;
  4. 电导值为  $5 \times 10^{-3}$  欧姆<sup>-1</sup>厘米<sup>-1</sup> 时, 停止电渗析操作。
- 应用上述条件, 用电渗析法除去 9-氨基壬酸中氯化鈉后, 于水中重結晶两次得 9-氨

基壬酸纯品,熔点 186—189°C,灰分含量不大于 0.1%,氯根微量,其收率约 93%。

### 参 考 文 献

- [1] A. M. Peers, *J. Appl. Chem.* **8**, 59 (1958).
- [2] F. Haurowitz, "*Chemistry and Biology of Proteins*", Academic Press Inc., New York, 1950, p. 64.
- [3] 中国科学院化学研究所,“尼龙 9 单体, 9-氨基壬酸的分析鉴定方法及规格要求初步报告”, 1960。

## DEMNERIZATION OF 9-AMINOPELARGONIC ACID SOLUTION BY ELECTRODIALYSIS USING ION-EXCHANGE MEMBRANES

YEH GEN-SHEN, SHEN ZI-MING, WU TONG-LI, WAN YUE-HUA,  
JIA JI-DUO AND DUAN CHENG-ZHU

(*Central Laboratory, Experimental Factory, Yunnan Provincial Bureau of Chemical Industry*)

### ABSTRACT

Desalting the sodium chloride from water solution of 9-aminopelargonic acid by electro dialysis, using "Permaplex" C-20 and A-20 ion-exchange membranes has been studied. Experiments indicate the following operating conditions to be the optimum for a bulk solution containing 3.5 gm of 9-aminopelargonic acid and 1.5 gm of sodium chloride in 100 ml of the solution:

1. pH value of the solution in central compartment=7.5—7.8;
2. Maximum current density=about 8 mA/cm<sup>2</sup>; applied voltage=65 V;
3. Concentration of anolyte—sodium hydroxide=0.00135 ± 0.0002 N, and concentration of catholyte—hydrochloric acid=0.0040 ± 0.0002 N;
4. Electrodialysis is stopped when the specific conductivity of the solution reaches to  $5 \times 10^{-3} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ .

After desalting the sodium chloride by electro dialysis, 9-aminopelargonic acid was crystallized twice from water to give the pure product, mp. 186—189°C, ash content 0.1%, chloride ion trace. The yield is about 93%.