

文章编号: 1005-8893 (2000) 01-0034-02

二甲基环己胺的气相色谱分析^{*}

刘 蓉

(江苏省化工研究所, 江苏 南京 210024)

摘要: 采用气相色谱法对二甲基环己胺进行了分析, 探讨了进口产品气味低的原因。

关键词: 二甲基环己胺; 气相色谱; 分析

中图分类号: O 657.7⁺¹

文献标识码: A

引 言

N, N-二甲基环己胺是配制聚氨酯硬泡双组分料的理想催化剂, 用于冰箱生产效果最佳, 它还可以用于聚氨酯软泡生产, 作为辅助胺类催化剂能明显改善制品的性能, 所以广泛应用于国内外聚氨酯行业。

二甲基环己胺一般是以二甲胺和环己酮为原料生产。其性状为无色液体, 比重 0.8490 (20/20 °C), 凝固点 < -77 °C, 沸点 (161-163) °C, 闪点 43 °C, 能与醇、醚混溶, 不溶于水。

由于二甲基环己胺为胺类产品, 故普通产品有氨味、苦味及刺激性, 影响到使用及制品性能。国内外均已开发研制了低气味的二甲基环己胺。本文采用气相色谱法对国产普通二甲基环己胺及进口低气味二甲基环己胺进行了分析; 并从分析的结果, 探讨了进口产品气味低的原因。

1 实验部分

1.1 主要仪器设备

SP-6800 气相色谱仪 (山东鲁南化工仪器厂) 氢火焰离子化监测器, SSC-922 色谱数据处理机。

色谱柱: 10% SE-30 Chromosorb. W. W.A. DMCS. 80目至100目, 3 m×2 mm 不锈钢柱。

1.2 色谱操作条件

柱温度: 110 °C, 汽化室温度 190 °C, 检测室温度 180 °C; N₂: 30 mL/min, H₂: 28 mL/min; 空气 550 mL/min; 进样方式采用柱头进样, 进样量 0.2 μL。

2 结果与讨论

采用上述实验条件, 可以对二甲基环己胺中各组分进行有效的分离。如图1、图2所示。分离效果优于有关文献 [1] 中的色谱图。采用标准物质的相对保留时间对色谱峰定性, 面积归一化法定量。

(1) 从两个色谱图形相似可以看出, 国产普通二甲基环己胺与进口低气味二甲基环己胺均是采用二甲胺与环己酮为原料的合成路线。但进口低气味的二甲基环己胺 (含量 99.6%) 质量明显好于普通产品 (97.5%), 且杂质含量 (二甲胺 0.0038%, 环己酮 0.28%) 比普通产品 (二甲胺 0.0067%, 环己酮 2.27%) 低。

(2) 气味的产生主要来自胺分子的逸出, 要使气味降低, 就要阻止或减少胺分子的逸出。从进口

* 收稿日期: 2000-03-01

作者简介: 刘蓉 (1964-), 女, 四川成都人, 江苏省化工研究所分析测试中心工程师, 硕士, 主要从事气相色谱及原子吸收光谱的研究。

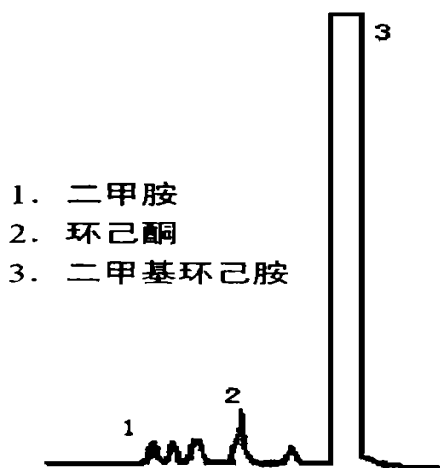


图1 国产普通二甲基环己胺

1. 二甲胺
2. 环己酮
3. 二甲基环己胺

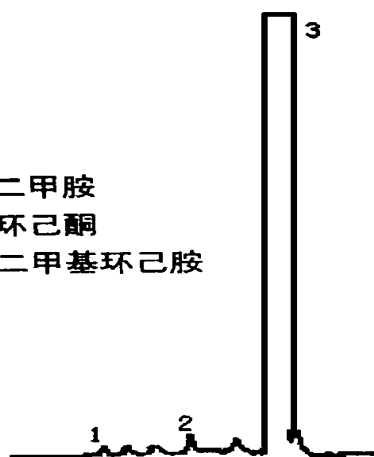


图2 进口低气味二甲基环己胺

低气味二甲基环己胺的色谱图中可以看到, 在二甲基环己胺峰的后面连有一个小峰(含量 0.05% 左右), 此为特意加入的化学物质, 多为能与二甲基环己胺分子形成氢键的氢键生成剂。如国内有的厂家加入的是二(β-氨基乙基)甲胺, 它与二甲基环己胺分子形成氢键, 从而防止了二甲基环己胺分子从液体向空气中的逸散, 导致产品气味降低。

综上所述, 降低二甲基环己胺的气味可以从两方面入手: 一是对生产工艺进行控制优化, 尽量减少杂质, 特别是二甲胺(沸点 6.9 °C, 有强刺激性氨味)的含量。环己酮本身没有氨味, 所以对气味的产生影响不明显。二是在不改变物质本来的结构, 又不影响反应活性及制品性能的情况下, 加入合适的物质, 减少胺分子的逸出量。以降低产品的氨味、苦味及刺激性。通过气相色谱法对普通及低气味二甲基环己胺的分析, 找出了气味低的原因, 为生产提供了参考。

致谢: 进口低气味二甲基环己胺及有关资料由本所刘晓燕高级工程师提供。

参 考 文 献

- [1] 纪文富. 低气味二甲基环己胺的研制及应用[J]. 聚氨酯工业, 1990 (3): 41.

Analysis of Dimethylcyclohexylamine by Gas Chromatography

LIU Rong

(Jiangsu Chemical Industry Institute, Nanjing 210024, China)

Abstract: Ordinary and low nose dimethylcyclohexylamine was analysed by gas Chromatography. The causes of low nose are discussed.

Key words: dimethylcyclohexylamine; gas chromatography; analysis