

解决方案 | 气相色谱法测定 4,4'-二氨基二苯醚纯度

4,4'-二氨基二苯醚，英文名称 4,4'-Diaminodiphenyl Ether，分子式 $C_{12}H_{12}N_2O$ ，分子量 200.20，无色结晶或白色粉末，不溶于水，易溶于盐酸，不溶于苯，有毒，可致癌。吸入蒸气或粉末或经皮肤吸收均可引起中毒，能损害人的神经系统，使血形成变性血红蛋白，并有溶血作用。该物质对环境有危害，应特别注意对水体的污染。4,4'-二氨基二苯醚具有高附加值的中间体，可用于生产耐热性塑料如聚酰亚胺树脂、聚马来酰亚胺树脂、聚酰胺酰亚胺树脂、环氧树脂、聚氨酯等。

4,4'-二氨基二苯醚作为重要的高分子材料中间体，其纯度直接影响产品的品质。为了确保聚酰亚胺类物质的质量，必须在投料生产前，先进行原材料的分析检测。检测 4,4'-二氨基二苯醚常用的方法主要有滴定法、液相色谱法、气相色谱法等。本文参考 GB/T 17592-2011 《纺织品 禁用偶氮染料的测定》利用 GC-4100 气相色谱仪建立了测定 4,4'-二氨基二苯醚纯度的方法，供相关人员参考。

实验部分

实验原理

样品在溶剂中溶解后，在选定的工作条件下，利用气相色谱仪，使 4,4'-二氨基二苯醚及其它组分汽化后经色谱柱分离，用氢火焰离子化检测器检测，并记录色谱图，从而得到 4,4'-二氨基二苯醚及其它组分的含量。

仪器与试剂

GC-4100 气相色谱仪（FID 检测器）；

DMF；

He 气体 纯度大于 99.999%；

H₂ 气体 纯度大于 99.999%。

实验条件

色谱柱：HP-5（30m*0.32mm*0.25μm）；

升温程序：60℃，保持 1min，以 12℃/min 升至 210℃，然后以 15℃/min 升至 230℃，保持 5min，然后以 3℃/min 升温至 250℃，再以 25℃/min 升至 280℃保持 10min。

进样口温度：280℃；

检测器温度：280℃；

柱流量：1.0mL/min；

分流量：20.0mL/min；

尾吹流量：20.0mL/min；

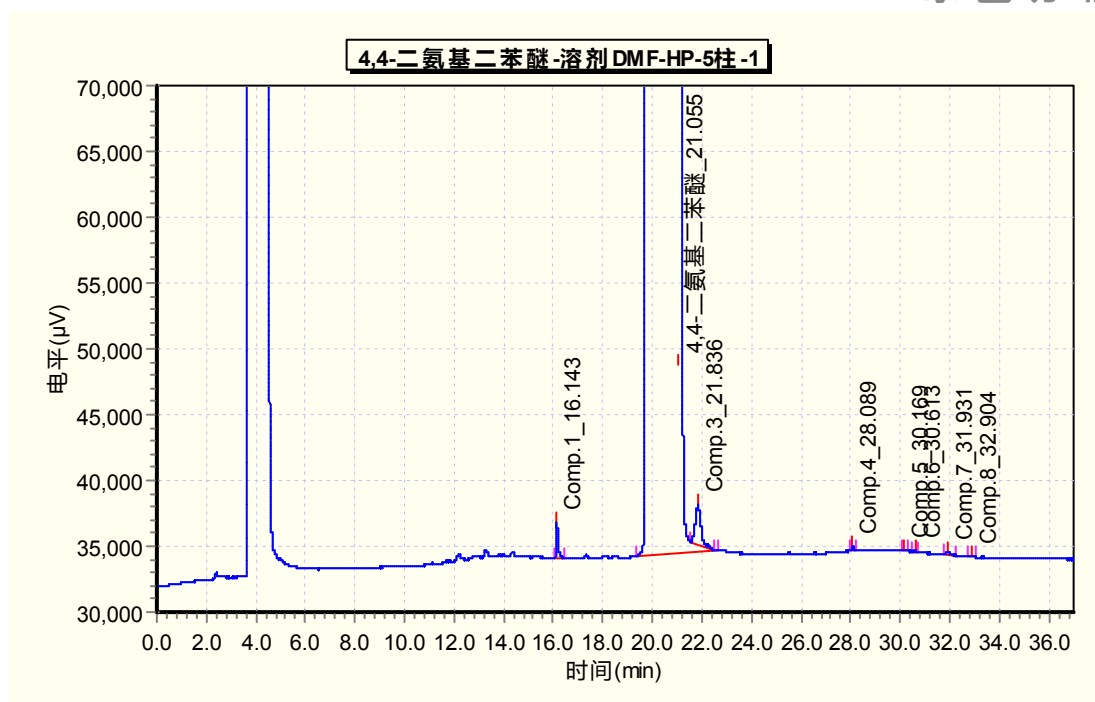
尾吹类型：氮气；

检测器：FID；

进样量：1.0μL。

实验结果

样品谱图-1：

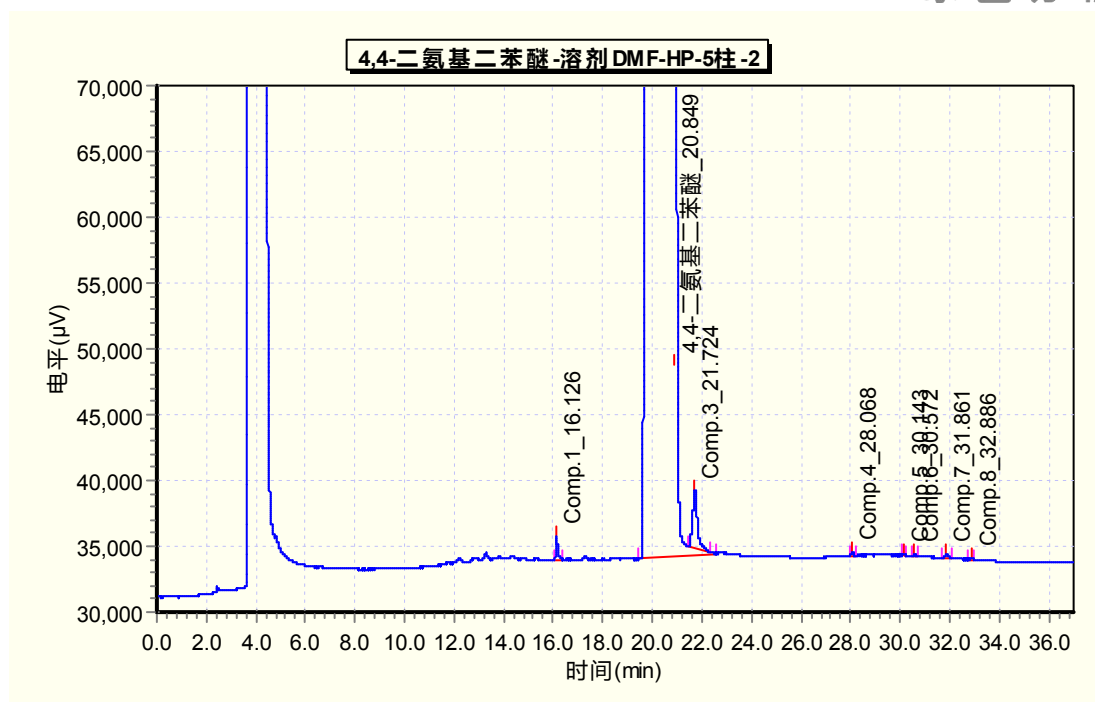


分析结果

定量方法： 归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	Comp.1	16.143	2721	14541	0.02%
2	4,4-二氨基二苯醚	21.055	1227782	6.6905E+7	99.89%
3	Comp.3	21.836	3143	49314	0.07%
4	Comp.4	28.089	391	2056	0.0031%
5	Comp.5	30.169	115	678	0.001%
6	Comp.6	30.613	93	606	0.0009%
7	Comp.7	31.931	260	3032	0.0045%
8	Comp.8	32.904	85	505	0.0008%

样品谱图-2:



分析结果

定量方法： 归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	Comp.1	16.126	1836	9799	0.02%
2	4,4-二氨基二苯醚	20.849	1225073	5.5346E+7	99.86%
3	Comp.3	21.724	4485	61927	0.11%
4	Comp.4	28.068	308	1625	0.0029%
5	Comp.5	30.143	98	520	0.0009%
6	Comp.6	30.572	98	763	0.0014%
7	Comp.7	31.861	297	2909	0.0052%
8	Comp.8	32.886	89	630	0.0011%

实验总结

本文通过参考 GB/T 17592-2011 《纺织品 禁用偶氮染料的测定》中的测定条件，建立了气相色谱法测定 4,4'-二氨基二苯醚纯度的方法。同时，我们对样品进行了平行性测定。实验结果表明：该方法对 4,4'-二氨基二苯醚含量的检测有操作简单速度快、准确度高、重复性好的优点，相比滴定法对操作人员的熟练要求程度低，更容易推广使用。