

己二胺中杂质含量的方法开发

王竹青

(万华化学(宁波)有限公司, 浙江省, 宁波市, 315812)

摘要: 己二胺在生产过程中存在四种比较重要的杂质, 分别为 1, 2-二氨基环己烷、六亚甲基亚胺、N1-乙基己烷-1, 6-二胺的色谱法、二己三胺。本实验首先通过分析现有的行标与其他生产己二胺厂家现有分析方法, 找出影响工作效率与数据准确度的因素。将分析反式 1, 2-二氨基环己烷的行标 HG/T 3937-2021 分光光度法和目前在运行企业(其他己二胺生产厂家)的现有分析六亚甲基亚胺、N1-乙基己烷-1, 6-二胺的填充柱色谱法、分析二己三胺的填充柱色谱法三个方法进行分析。再通过试验、探究, 找到一款专门分析胺的碱脱活惰性处理毛细管色谱柱, 即 Agilent J&W CP-Sil 8 CB 胺分析专用柱, 实现了一个方法代替上述的三个方法。在分析时间、操作简便性、数据准确度、设备使用量、安全性等方面都有很大的提高。

关键词: 己二胺; 行标; 分光光度法; 填充柱; 毛细管柱

目录

摘要.....	1
1. 背景介绍.....	3
1.1. 工艺反应.....	3
1.2. 分析方法.....	3
1.2.1. 方法标准-反式 1, 2-二氨基环己烷.....	3
1.2.2. (其他己二胺生产厂家) 现有分析方法-六亚甲基亚胺、N1-乙基己烷-1, 6-二胺、二己三胺.....	4
1.2.3. 气相色谱法-毛细管柱.....	4
2. 实施过程.....	5
2.1. 探索与试验.....	5
2.1.1. 基于行标优化.....	5
2.1.2. 现有色谱柱 BD-5MS 柱子的尝试.....	6
2.1.3. 碱脱活色谱柱性能对比.....	6
2.1.4. CP-Sil 8 CB for Amines 柱的分析与优化.....	7
2.1.5. 建立定量曲线.....	8
2.2. 收益分析.....	10
3. 结论.....	11