

# 填充色谱柱法测定 4-氨基二苯胺的纯度

叶敏君

(铜陵市新民污水处理厂, 安徽 铜陵 244000)

**摘要:** 采用填充色谱柱的方法来分析 4-氨基二苯胺。文中就色谱固定相的配制、色谱分离柱的制备以及分析操作条件进行了详细的阐述, 并据此建立了 4-氨基二苯胺的纯度的分析方法。对试剂级的 4-氨基二苯胺的分析结果表明该方法快速准确, 能较好地满足生产的需要。

**关键词:** 4-氨基二苯胺; 气相色谱; 色谱柱; 纯度

**中图分类号:** O657.71 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-8143(2007)04-0074-02

## Determination of purity of 4-aminodiphenylamine by packed column chromatography

Ye Minjun

(Tongling Ximin Wastewater Treatment Factory Laboratory, Tongling Anhui 244000, China)

**Abstract** Methods used to analyze the packed column 4-Aminodiphenylamine. Preparing the text on the stationary phase chromatography, Preparation column chromatographic separation and Analysis conducted a detailed description of the operating conditions, According to a 4-Aminodiphenylamine the purity analysis. 4-Aminodiphenylamine of reagent-grade results of the analysis show that the method is rapid accurate, Be able to better meet the needs of production

**Key words** 4-Aminodiphenylamine; Gas chromatography; Column; Purity

4-氨基二苯胺, 又名 N-苯基对苯二胺, RT 培司、对氨基二苯胺, 外观为白色晶体, 沸点 354℃, 熔点 75℃, 溶于无水乙醇、醚和稀盐酸, 难溶于水。它是一种重要的精细化工中间体, 主要用于生产橡胶防老剂 4010NA、402Q、4010 及 688 等。此外还可用于合成蓝色盐 VRT, 用于染料、纺织、印刷及制药工业等方面。在生产和应用过程中, 由于分析手段的不完善, 许多时候还是仅仅通过测定该产品的凝固点和熔点的方法来判断其纯度。这里介绍一种填充色谱柱<sup>[1]</sup>的分析方法来分析 4-氨基二苯胺的纯度, 以供参考。

## 1 试验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

气相色谱仪, 配有氢火焰离子化检测器 (FID)。

色谱柱: 柱长 3.0m, 内径为 3mm 的不锈钢管, 使用前充分清洗干净, 干燥后使用。

固定相的配制: 称取 2.0g 色谱固定液 SE-30 于 250ml 烧杯中, 加入约 60ml 氯仿或丙酮溶解, 将 38g 干燥的 101 白色硅烷化担体 40-60 目缓缓倒入烧杯中, 使之完全润湿, 浸泡 15min 后, 在红外灯下轻轻地拍打转动烧杯, 使涂渍均匀, 等溶剂挥发干后, 移至约 70-80℃ 烘箱中烘 2h 取出后装柱。色谱柱的老化: 将灌好的色谱柱子连接好 (色谱柱出气口端不能连接在检测器上), 通氢气老化, 氢气流速在 25ml/min 左右, 用 4 小时的时间缓升温到 260℃, 然后在 260℃ 的温度下恒温老化 24 小时, 直至基线平稳, 否则继续老化。

氮气纯度为 99.9%, 燃烧气为气相色谱用高纯氢气, 助燃气为经过净化干燥的空气。

色谱固定液: SE-30 载体: 101 白色硅烷化担体 40-60 目。4-氨基二苯胺: 试剂级。氯仿: 分析纯。丙酮: 分析纯。

## 1.2 试验步骤

### 1.2.1 色谱仪操作条件

汽化室温度 300℃, 检测室温度 300℃, 载气 40 ml/min, 氢气流量为 30 ml/min, 空气为 400 ml/min, 柱箱温度: 初始温度为 190℃, 初始时间为 2 min, 升温速率为 7.0℃/min, 终止温度为 250℃, 终止时间为 2.0 min, 计算方法为峰高定量法, 进样量为 0.4 μl (样品/溶剂 = 1.0g/4.0 ml CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH), 如果未能完全溶解, 可以用水浴稍稍加热, 使其溶解。

### 1.2.2 4-氨基二苯胺试剂的测定

取 4-氨基二苯胺试剂 1g 溶于 4 ml CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH 中 (如果未能溶解完全, 可以用水浴稍稍加热, 使其完全溶解), 进样量为 0.4 μl 测定 4-氨基二苯胺的峰高以纯度和峰高计算校正因子, 取待测样品用上述同样的方法制得的溶液 0.4 μl 以同样的条件测定样品中 4-氨基二苯胺的峰高计算样品中 4-氨基二苯胺的含量。

取双分试样作平行测定, 使两平行样之间相对误差小于 0.2%。

## 1.3 计算

$$4\text{-氨基二苯胺}(\%) = \left( \frac{h_{\text{样品}}}{h_{\text{试剂}}} \right)$$

$\omega_{(4\text{-氨基二苯胺})}$

式中:  $h_{\text{样品}}$  为待测样品中 4-氨基二苯胺的平均峰高。

$h_{\text{试剂}}$  为 4-氨基二苯胺试剂中 4-氨基二苯胺的平均峰高。

$\omega_{(4\text{-氨基二苯胺})}$  为试剂 4-氨基二苯胺的纯度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱柱的制备

色谱柱制备好在应用过程中如果出现对 4-氨基二苯胺及杂质峰分离度不好的情况, 除了调整进样量, 仪器本身等问题之外, 可以在制备固定相的过程中加入适量的氢氧化钠 (这主要是由于不同生产工艺生产的 4-氨基二苯胺而引起的)。另外在色谱柱的老化过程中的载气一定要使用氢气, 否则在分析产品的过程中会出现 4-氨基二苯胺主峰交叉的现象。

### 2.2 进样量的影响

进样量偏小, 出峰重复性差, 使测定结果误差偏大。进样量偏大, 使出峰时间延长, 峰易拖尾, 不容易回到基线, 还易使仪器超出量程范围。经过多次试验, 选定的进样量为 0.4 μl (样品/溶剂 = 1.0g/4.0 ml CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH)。

### 2.3 溶剂的选择

在制备样品的过程中, 溶剂不能选用丙酮等, 最好选取用乙醇, 虽然前者溶解的速度快, 但在分析结果的谱图上明显上有新的物质生成, 影响了结果的准确性, 这主要是前者与 4-氨基二苯胺在分析的色谱操作条件下生成了新的物质。

### 2.4 样品的测定结果

以试剂级的 4-氨基二苯胺为标样测定样品, 色谱数据处理机的电平显示峰高为测定结果见表 1:

表 1 样品的测定结果

样品	峰高		4-氨基二苯胺含量 $\omega(\%)$
标样 1#	27 594	27 633	99.95
试样 1#	27 494	27 530	99.58
试样 2#	27 540	27 566	99.73

从以上的分析结果可以看出, 该分析方法快速、准确, 能较好地满足生产的需要。

版社, 1999 948-972

## 参考文献

[1] 夏玉宇主编. 化验员实用手册 [M]. 北京: 化学工业出