

# Analysis and Detection of Gas Phase Corrosion Inhibitor Dicyclohexylamine Ion

Mengya Pan, Wenjiang Wang, Qiang Zhou, Jun Zhang, Qianfeng Zhang\*

Institute of Molecular Engineering and Applied Chemistry, Anhui University of Technology, Ma'anshan Anhui  
Email: zhangqf@ahut.edu.cn

Received: Jul. 7<sup>th</sup>, 2018; accepted: Jul. 26<sup>th</sup>, 2018; published: Aug. 2<sup>nd</sup>, 2018

---

## Abstract

Corrosion of steel is a serious problem in the industry. If it is technically and financially considered, a corrosion inhibitor should be added to reduce the corrosion rate. At present, amine salt type corrosion inhibitors are used more and have superior effects. In this paper, physical and chemical analysis of the sample, UV spectrum, infrared spectroscopy, nuclear magnetic resonance spectroscopy and ion chromatography and other series of analysis and speculation to determine the different ions of dicyclohexylamine salt corrosion inhibitor in steel corrosion analysis, and finally it was determined that the solid sample may be dicyclohexylamine nitrite.

## Keywords

Vapor Phase Inhibitor, Dicyclohexylamine Salt, Spectroscopic Analysis, Organic Ionic Compounds

---

# 气相缓蚀剂二环己胺离子的分析检测

潘梦雅, 王文将, 周强, 张均, 张千峰\*

安徽工业大学分子工程与应用化学研究所, 安徽 马鞍山  
Email: zhangqf@ahut.edu.cn

收稿日期: 2018年7月7日; 录用日期: 2018年7月26日; 发布日期: 2018年8月2日

---

## 摘要

钢铁的腐蚀是工业上面临的一个严重问题, 若从工艺和资金上来考虑, 需添加一种缓蚀剂来降低腐蚀速度。目前, 胺盐型腐蚀抑制剂使用较多, 且效果优越。本文通过对样品的物理、化学分析、紫外光谱、红外光谱、核磁共振氢谱及离子色谱等系列分析并推测判断出不同离子体的二环己胺盐在钢铁防腐气相

\*通讯作者。

缓蚀剂的分析, 最终确定该固体样品可能为亚硝酸二环己胺。

## 关键词

气相缓蚀剂, 二环己胺盐, 谱学分析, 有机离子化合物

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 前言

气相缓蚀剂是一种具有抑制金属锈蚀性质的一类无机物质和有机物质的总称。由于气相缓蚀剂具有防锈期长、操作简便、成本较低等特点, 近年来被广泛应用在防锈包装材料上。本文所检测的固体样品即是来自某公司气相防锈纸中的一种重要气相缓蚀剂的成分, 并希望通过检测出该样品的成分来改良或优化其缓蚀性能。

气相防锈纸是一种易挥发性的防锈包装材料, 它是通过在具有良好物理强度的中性纸基上均匀涂布含有挥发性的化学缓蚀剂而制成的[1]。在室温下, 这种气相防锈纸的表面能够缓慢地散发出一种气体, 可减少金属基体表面的氧化, 而且这种气体能与空气中的多种腐蚀介质在金属表面生成一种肉眼看不见的保护膜, 使其免于锈蚀或降低锈蚀速率。由于生成的复合防锈气体无孔不入, 所以即使防锈纸不与金属表面直接接触, 也能使金属制品表面、内孔和沟缝在气体环境下得到有效保护[2] [3] [4]。这类气相缓蚀剂在一定 pH 值范围内, 以不同的比例来配制成水相为主体的溶液, 经浸图工艺均匀地涂覆在防锈纸的表面, 从而制备成不同材料要求的气相防锈纸包装材料。

因此, 本文主要对某公司所提供的气相防锈纸中某种气相缓蚀剂进行分析, 通过熔点测试可初步确定该固体样品是否为单一物质, 经紫外光谱和红外光谱测试进一步推测该物质可能含有的官能团, 再通过核磁共振氢谱测试得出该物质可能含有二环己胺离子, 离子色谱测试可确定该样品中是否含有亚硝酸根离子。最终通过不同离子体的二环己胺盐在钢铁防腐气相缓蚀剂中的分析, 确定该固体样品可能为亚硝酸二环己胺。

## 2. 试验部分

### 2.1. 主要仪器

仪器: 精密 pH 试纸; X-4 显微熔点仪; 日本岛津 UV3600 紫外可见分光光度计; Nicolet 6700 傅立叶红外光谱仪(溴化钾压片, 美国 Nicolet 公司); Bruker Avance II 400 MHz 核磁共振波谱仪(氘代氯仿作溶剂, 四甲基硅烷为内标, 瑞士 Bruker 公司); 日本岛津公司 LC-2010 PLUS 离子色谱。

### 2.2. 固体样品物理性能测试

1) 颜色、状态: 直接观察;

2) pH: 精密 pH 试纸;

3) 熔点: 采用 X-4 显微熔点仪测试仪器, 用玻璃棒沾取少量该固体样品, 平铺在玻片上, 通过显微镜观察并记录最后熔点范围。

4) 溶解性: 取一定量的样品分别置于多个 25 mL 的烧杯中, 并用相同体积的不同溶剂(如去离子水、甲醇、乙醇、二氯甲烷、氯仿、乙醚和甲苯等)溶解, 静置数小时后观察其溶解性。

### 2.3. 固体样品的紫外光谱测试

采用日本岛津 UV3600 紫外/可见/近红外分光光谱仪对固体样品进行紫外测试, 测试前用适量去离子水将样品溶解, 待用。取一定量溶解后的样品, 待仪器运行稳定后, 以去离子水作为空白样, 再对样品进行紫外测试。

### 2.4. 固体样品的红外光谱测试

采用美国尼高力公司 Nicolet 6700 型傅立叶红外光谱仪对固体样品进行红外测试, 测试前先将溴化钾烘干备用。取一定量样品, 待仪器运行稳定后, 以溴化钾的红外光谱图作为空白样, 再对固体样品进行红外测试。

### 2.5. 固体样品的 $^1\text{H}$ NMR 测试

采用 Bruker Avance II 400 MHz 核磁共振波谱仪对固体样品进行核磁测试, 测试前, 用氘代氯仿将适量固体样品溶解在核磁管中, 再对样品进行核磁测试, 分析  $^1\text{H}$  NMR。

### 2.6. 固体样品的离子色谱测试

采用日本岛津 LC-2010 PLUS 离子色谱仪检测固体样品中的离子成分。以碳酸钠、硫酸氢钠为流动相, 测试前, 称取样品 10 mg 置于烧杯中, 并用适量去离子水溶解, 再用容量瓶定容, 配制成 1 ppm 的溶液, 待测。

## 3. 结果与分析

### 3.1. 固体样品物理性能分析

由上述物理性能测试可知: 该固体样品是白色至淡黄色晶体, 几乎无气味, 易溶于水, 其水溶液的 pH 值为 7 左右, 呈中性。其样品也溶于甲醇、乙醇、二氯甲烷及氯仿, 但不溶于乙醚和甲苯。经 X-4 熔点仪测出该固体物质的熔点范围为  $167.5^\circ\text{C}\sim 173.0^\circ\text{C}$ 。

### 3.2. 固体样品的紫外光谱分析

由图 1 可知, 该固体物质在 270~400 nm 之间有最大吸收峰值, 而已知芳香苯环的紫外最大吸收峰值在 230~270 nm, 说明该固体样品中不含芳香类苯环体系, 并可以初步推测有可能是烷烃类的有机胺盐。

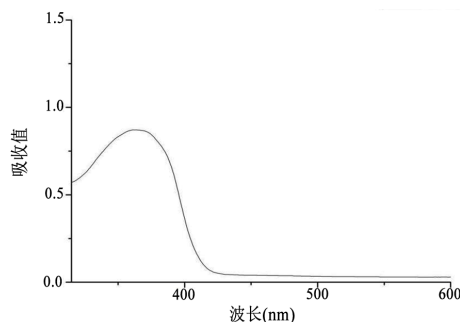


Figure 1. UV spectra of solid samples  
图 1. 固体样品的 UV 谱图

### 3.3. 固体样品的红外光谱分析

由图 2 可知, 红外图谱在  $3436.3 \text{ cm}^{-1}$  处有吸收峰值, 可能是 N-H 键的伸缩振动; 在  $2800\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$  的范围内的中等强度的吸收峰, 应可归属为饱和  $\text{CH}_2$  键的伸缩振动; 在  $1617.1 \text{ cm}^{-1}$  处吸收峰应归属为 N=O 双键的伸缩振动; 在  $1271.0 \text{ cm}^{-1}$  处有吸收峰, 可归属为 P=O 键振动特征, 说明可能含有 P=O 基团的化合物。

### 3.4. 固体样品的 $^1\text{H}$ NMR 谱图分析

从图 3  $^1\text{H}$  NMR 图谱中,  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ) 其化学位移分别是 3.12 (tt,  $J = 11.6, 3.8 \text{ Hz}$ , 1H, NHCH), 2.05 (d,  $J = 10.6 \text{ Hz}$ , 2H, NHCHCH), 1.87~1.73 (m, 2H, NHCHCH), 1.64 (d,  $J = 11.2 \text{ Hz}$ , 1H, NHCHCH $_2$ CH $_2$ CH), 1.57~1.41 (m, 2H, NHCHCH $_2$ CH), 1.32~1.08 (m, 3H, NHCHCH $_2$ CH, NHCHCH $_2$ CH $_2$ CH)。结构式如图 4。

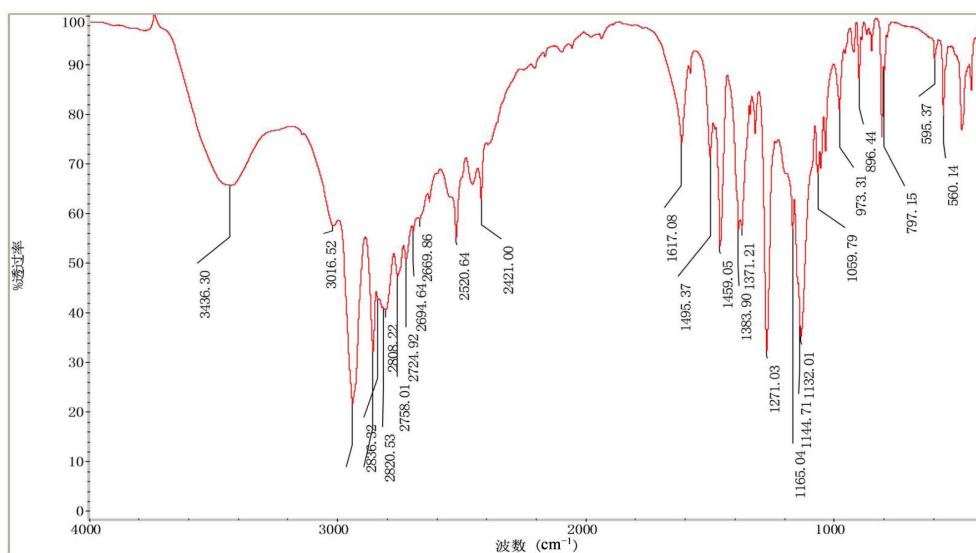


Figure 2. FT-IR spectra of solid samples

图 2. 固体样品的 FT-IR 谱图

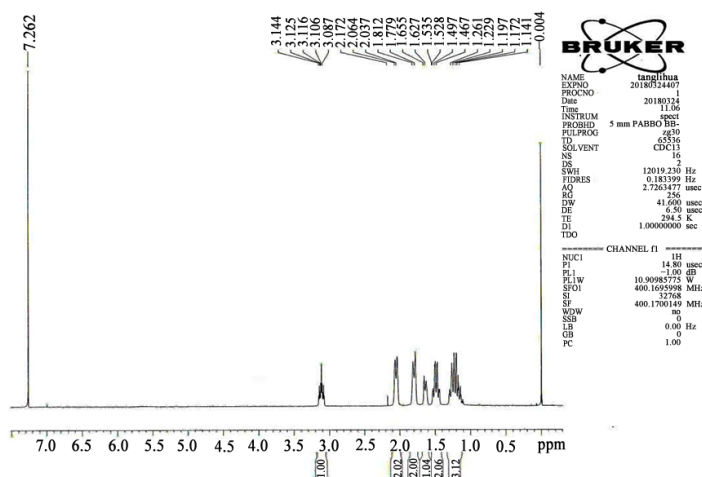


Figure 3.  $^1\text{H}$  NMR spectrum of a solid sample

图 3. 固体样品的  $^1\text{H}$  NMR 谱图

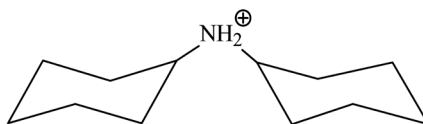


Figure 4. Structure  
图 4. 结构式

#### 4. 结论

经紫外、红外及核磁测试表征, 该固体样品可以初步确定为二环己胺盐; 进一步的离子色谱测试表征表明该固体样品中可能含有亚硝酸根阴离子, 最后对照其表观形态、pH 值、溶解性及所测的熔点范围(167.5°C~173.0°C), 最终确定该固体样品可能为亚硝酸二环己胺。亚硝酸二环己胺是一种缓蚀性能较好的气相缓蚀剂, 它能使黑色金属表面钝化从而保护金属。但亚硝酸根离子是强致癌物, 因此, 可以使用硝酸根、磷酸二氢根等来代替亚硝酸根, 从而得到绿色、低毒且缓蚀效果优良气相缓蚀剂。

#### 参考文献

- [1] 张天胜. 缓蚀剂[M]. 北京: 精细化工出版社, 2008: 372-389.
- [2] 刘达. 对气相缓蚀剂在金属防锈包装中应用的研究[D]: [硕士学位论文]. 西安: 西安理工大学, 2009: 8-11.
- [3] 李丹希. 气相防锈纸研究现状[J]. 北京印刷学院学报, 2014, 22(2): 37-39.
- [4] 李志广, 黄红军, 万红敬, 等. 一种新型气相防锈纸的研制[J]. 包装工程, 2006, 27(1): 55-56.

#### 知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>  
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2163-1557, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>  
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [aac@hanspub.org](mailto:aac@hanspub.org)