

大口径毛细管柱气相色谱法测定工业异丁基苯含量*

谢 萍 韩大川

(吉林商检局 长春 130062)

摘要 采用大口径毛细管柱技术和色谱-质谱联用技术对工业异丁基苯进行了定性和定量分析,建立了一种测定工业异丁基苯的新方法。实验结果表明新方法操作简单、快速、精密度高、复现性好。

关键词 毛细管气相色谱/质谱法,异丁基苯

1 前言

异丁基苯是合成新型抗菌消炎药布洛芬等的主要原料。目前,我国尚未有统一的检测标准。据与国际计算机联网检索,关于大口径毛细管柱气相色谱法测定异丁基苯含量,至今国内外尚未见报道。本研究结合我国的实际情况,建立了一种准确、快速的大口径毛细管柱气相色谱检验方法,测定了异丁基苯的含量。本方法准确度高、精密度好,变异系数为0.28%。

2 实验部分

2.1 试剂

正、异丁基苯、正丙基苯、甲苯、苯均为色谱纯,氯仿为分析纯。

2.2 仪器与操作条件

气相色谱仪,配备FID检测器;大口径毛细管柱为HP-1 5m×0.53mm石英毛细管柱;程序升温,以10℃/min速度从80℃升温至120℃;汽化室温度210℃;检测器温度220℃;载气为氮气,流速6mL/min。

气相色谱-质谱联用仪(GC/MS);FINNIGAN-MAT800;色谱柱:HP-1 25m×0.2mm×0.2μm弹性石英毛细管柱;分流比为200:1;离子化方式:EI。

2.3 样品来源

按液体化工产品采样通则(GB6678-86),样品取自吉林省各异丁基苯生产厂出口的工业异丁基苯。

2.4 分析步骤

用清洁干燥的微量进样器(10μL)吸取0.2μL工业异丁基苯样品,直接做GC分析,采用校正面积

归一化法进行定量。

3 结果与讨论

3.1 工业异丁基苯中杂质的定性分析

按前述的GC/MS条件,对出口工业异丁基苯进行剖析,获得工业异丁基苯色谱图,见图1。

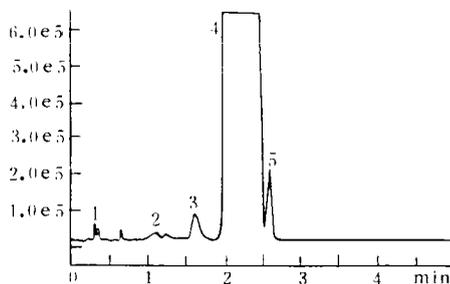


图1 工业异丁基苯气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatogram of industrial isobutylbenzene

峰:1. 甲苯,2. 乙苯,3. 丙苯,

4. 异丁基苯,5. 正丁基苯。

Peak: 1. methylbenzene, 2. ethylbenzene, 3. propylbenzene,

4. isobutylbenzene, 5. n-butylbenzene.

3.2 色谱柱的选择

我们对SE-52、阿匹松L、PEG-20M等几种填充柱和HP-1毛细管柱进行了试验。从分离效果来看,HP-1较好,尤其是大口径毛细管柱最佳,它兼有填充柱和毛细管柱两者的优点,即样品容量接近于填充柱,而柱效仍保持毛细管柱的高分离度,且操作简单、快速、准确。

3.3 异丁基苯的定量测定

3.3.1 校正因子的测定

采用校正面积归一化法对工业异丁基苯中各组分准确地进行定量,首先必须求出各组分对异丁基

* 此课题为国家商检局制标资助项目,编号B119-94
本文收稿日期:1995年4月11日,修回日期:1995年7月9日

苯的校正因子。

用微量天平按异丁基苯：正丁基苯：丙苯：乙苯：甲苯：苯 = 5 : 0.05 : 0.01 : 0.01 : 0.01 : 0.01 (重量比) 称入清洁、干燥的 5~10mL 具塞瓶中 (准确至 0.000 01)，充分摇匀，在前述色谱分离条件下进样。每组标样平行进 5 针，然后由色谱处理机或在色谱图上测量各峰面积，计算出各组分的校正因子。

3.3.2 样品的测定

用干燥、清洁的微量进样器吸取 0.2 μ L 样品，迅速注入色谱仪汽化器中，待各组分出峰完毕后，由色谱数据处理机处理或分别测量各峰面积，采用面积归一化法计算各组分的含量。

3.3.3 工业异丁基苯中低沸组分不采用校正因子对其主要组分的影响

为了简化试验，我们对工业异丁基苯中低沸组分采用校正因子与不采用校正因子对其主要组分的影响作了对比。低沸组分采用校正因子与不采用校正因子对异丁基苯含量的测定值影响很小，平均相对偏差为 -0.02%，对正丁基苯含量的测定值几乎没有影响，平均相对偏差为 -0.05%；对低沸组分本身的测定值，平均相对偏差为 19.03%，也在此浓度样品的气相色谱定量分析误差的允许范围以内，不影响气相色谱法分析结果的准确度与精密度。因此用气相色谱法分析工业异丁基苯时，可以不测定低沸组分的校正因子。

3.3.4 方法的准确度和精密度

为了测定本法分析异丁基苯的准确度和精密度，我们对配制样和混合样各组分的平均测定值与真实值做了比较，其平均相对误差分别为：异丁基苯

0.02%，正丁基苯 8.90%，苯 6.78%，甲苯 9.12%，乙苯 5.33%，丙苯 7.63%，都远小于各自浓度样品的气相色谱定量允许的误差。同时，各组分的气相色谱测定值的变动系数均很小。这说明该法具有很高的准确度与精密度。但是当测定校正因子的标准样的配比与实际被测样品的组分含量差别过大时，测定结果的误差则很大。

取一个样品，测定 10 次，进行方法的精密度试验。异丁基苯和正丁基苯的平均值分别为 99.83% 和 0.08%，标准偏差分别为 0.28% 和 0.15%，变异系数分别为 0.28% 和 1.90%。

4 结论

(1) 大口径毛细管柱气相色谱法测定工业异丁基苯，分析速度快、样品用量少、分析结果准确、精密度高。

(2) 校正因子受到很多因素的影响。因此，当仪器分离条件确定后，必须测定正丁基苯对异丁基苯的校正因子。配制测定校正因子的标准样时，其配比要与待测的工业异丁基苯中各组分的含量接近，否则将会引入较大误差。

(3) 由于工业异丁基苯中除异丁基苯和正丁基苯外的其他组分含量甚微，采用与不采用校正因子对各组分的影响很小，因此，低沸组分可以不采用校正因子。

参 考 文 献

- 1 Matisova E, Kovacicova E, Pham T H *et al.* J Chromatogr, 1989; 475:113
- 2 英国合成化学公司. 异丁基苯. 1984:3

Study on Analysis of Industrial Isobutylbenzene by Gas Chromatography Using Series 530 μ m Column

Xie Ping and Han Dachuan

(Jilin Import & Export Commodity Inspection Bureau, Changchun, 130062)

Abstract The industrial isobutylbenzene is determined quantitatively and qualitatively by capillary gas chromatography-mass spectrometry. A new analytical method for determining the content of industrial isobutylbenzene has been established. Results showed that the method is simple and rapid with good precision and reproducibility.

Key words capillary gas chromatography/mass spectrometry, isobutylbenzene