

应用实例

气相色谱法测定间甲基二苯醚中的氯苯和间甲酚含量

茅 力*

(南京医科大学公共卫生学院 南京 210029)

提 要 用气相色谱法测定了间甲基二苯醚中的微量氯苯和间甲酚。实验条件: 玻璃柱内填 4% SE-30+ 0.2% PEG 20M/Chrom osorb W HP(60~ 80 目), 柱温 150℃, 载气(N₂)流速 35mL/min, FID 检测, 以邻甲酚为内标定量。方法具有灵敏(0.1ng)、可靠、快速(< 20min)等特点。

关键词 气相色谱法, 氯苯, 间甲酚, 间甲基二苯醚

分类号 O658/TQ45

1 前言

间甲基二苯醚是合成拟除虫菊酯类农药中间体——间苯氧基苯甲醛的重要原料, 由氯苯和间甲酚在碱性条件下催化缩合制得^[1,2]。由于氯苯和间甲酚具有较高的毒性、刺激性及腐蚀性^[3,4], 国内外对它们在产品中的残留量均进行了限制。本文建立了测定间甲基二苯醚工业产品中微量氯苯和间甲酚的气相色谱方法, 以满足生产和市场的要求。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Pye Unicam GCU 气相色谱仪, 附 FID(英国)。三氯甲烷为分析纯, 标准品氯苯和间甲酚及内标物邻甲酚的质量分数均大于或等于 98%。

2.2 色谱条件

色谱柱为 1.5m × 4mm i.d. 玻璃柱, 固定相为 4% SE-30+ 0.2% PEG 20M/Chrom osorb W HP(60~ 80 目); 柱温 150℃, 汽化室和检测室温度 200℃; 流速: 载气(N₂) 35mL/min; H₂ 30mL/min; 空气 350mL/min; 进样量: 0.4μL。色谱图见图 1。

2.3 测定步骤

称取氯苯和间甲酚标准品各 25mg 于 25mL 容量瓶中, 移入 10.00mL 内标(0.10g/L 邻甲酚)溶液, 再加三氯甲烷至刻度。称取间甲基二苯醚样品 2.5g 与标准品同法处理。在上述色谱条件下, 依标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液……的次序进样, 根据内标法计算结果。

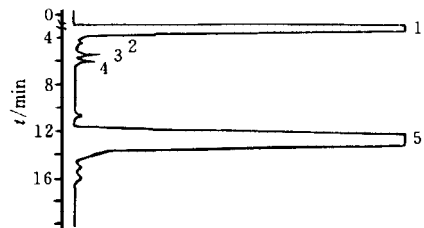


图 1 间甲基二苯醚样品的色谱图

Fig. 1 Chromatogram of *m*-phenoxy toluene sample

- 1. 三氯甲烷, 2. 氯苯, 3. 邻甲酚,
- 4. 间甲酚, 5. 间甲基二苯醚。

- 1. trichloromethane, 2. chlorobenzene,
- 3. *o*-cresol, 4. *m*-cresol, 5. *m*-phenoxy toluene.

3 结果与讨论

3.1 标准曲线

配制氯苯、间甲酚与内标不同质量比(0.2~2.0)的标准溶液, 经测定, 峰面积比(Y)与质量比(X)之间具有良好的线性关系: $Y = 0.2352X + 0.0101$, $r = 0.9992$ (氯苯); $Y = 0.1988X + 0.0097$, $r = 0.9994$ (间甲酚)。当信噪比(S/N)为 2 时, 氯苯、间甲酚的检测限均为 0.1ng。

3.2 精密度

称取两批样品各 6 份, 测定结果如下: 第 1 批样品中氯苯和间甲酚的质量分数分别为 0.015% 和 0.014%, RSD 分别为 2.17% 和 2.00%; 第 2 批样品中氯苯和间甲酚的质量分数分别为 0.017% 和 0.011%, RSD 分别为 1.99% 和 2.12%。

实验结果表明, 用气相色谱法测定间甲基二苯

* 本文收稿日期: 1997-05-25, 修回日期: 1997-09-06

醚工业产品中间甲酚和氯苯的含量, 快速、灵敏、准确、可靠。

参 考 文 献

1 Toray Industries Inc. *m*-Phenoxytoluene. JP, 84134743. 1984

2 应柏春. 农药, 1995, 34(10): 24~ 25

3 董华模主编. 化学物的毒性及其环境保护参数手册. 北京: 人民卫生出版社, 1988. 145~ 146, 349~ 350

4 石 青主编. 化学品毒性、法规、环境数据手册. 北京: 中国环境科学出版社, 1992. 379~ 381, 425~ 427

Determination of Chlorobenzene and *m*-Cresol in *m*-Phenoxy Toluene by Gas Chromatography

Mao Li

(School of Public Health, Nanjing Medical University, Nanjing, 210029)

Abstract A gas chromatographic method for the determination of chlorobenzene and *m*-cresol in *m*-phenoxy toluene has been developed. The method is simple and reliable. The analysis was carried out with a glass column, 1.5m × 4mm packed with 4% SE-30+ 0.2% PEG 20M/Chromosorb W HP at 150°C, N₂ as carrier gas with a flow rate of 35mL/min, FID as detector at 200°C, and *o*-cresol as internal standard. The standard curves were linear with correlation coefficients of 0.999 2 for chlorobenzene and 0.999 4 for *m*-cresol. The relative standard deviations of chlorobenzene and *m*-cresol were 1.99% -2.17% and 2.00% -2.12% for six determinations. The minimum detectable quantity was 0.1ng for both of chlorobenzene and *m*-cresol. It takes less than 20min for an analysis.

Key words gas chromatography, chlorobenzene, *m*-cresol, *m*-phenoxy toluene

欢迎订阅《色谱》(1999 年)

《色谱》(国际标准刊号 ISSN 1000-8713, 国际 CODEN 码 SEPUER, 国内统一刊号 CN 21-1185/O6)是中国化学会主办、中科院大连化学物理研究所和国家色谱研究分析中心承办、科学出版社出版的专业性学术期刊, 国内外公开发刊, 1984 年创刊。主要报道我国色谱学科的最新科研成果, 反映国内外色谱学科前沿与进展, 介绍色谱基础理论及其在石油、煤炭、化工、能源、冶金、轻工、食品、制药、化学、生化、医疗、环保、防疫、公安、农业、商检等部门的应用情况。设有研究报告、研究快报、研究简报、文献综述、知识介绍、讲座、实验新技术、经验交流、应用实例、来稿摘登、书评与书讯、国内学术活动简讯(包括会议征文及报道)等多种栏目。适于广大分析工作者及大专院校师生阅读, 也是图书、情报部门必备资料。

《色谱》是我国自然科学核心期刊, 已被美、英等国家和国内十余种刊物检索系统收录。从 1985 年起年年入选国际权威文摘——美国《化学文摘》(CA)“千种表”。

《色谱》为双月刊, 胶版纸印刷, 国内单价 7.50 元, 全年(含邮费)45 元, 邮发代号 8-43。请在全国各地邮局订阅。

漏订的读者可直接与《色谱》编辑部联系补订。

《色谱》编辑部地址: 大连市中山路 161 号, 邮编: 116012, 电话: (0411)3693405。