

对氯苯甲醛的气相色谱分析

詹长玉,付贵华,程晋祥

(鲁南瑞虹化工仪器有限公司,山东 滕州 277500)

摘 要:本文介绍用气相色谱法定量分析对氯苯甲醛含量。该法操作简便、快速、定量准确,数据重现性好。本法的变异系数不大于0.40%,其回收率为99.7%~101.3%。

关键词:气相色谱;对氯苯甲醛;染料

中图分类号: O658

文献标识号: A

文章编号: 1671-8798(2003)S0-0034-02

对氯苯甲醛是重要的有机合成原料,在医药工业中用于合成芬那露、氨基氨络酸等,在染料工业中用作三苯甲烷型酸性染料的中间体生产 CI 酸性兰 83、蓝 100 等。工业生产中常含有一定量的杂质而影响产品的质量。故在生产过程中需要一种快速简便精确的检验方法作为质量控制手段。目前,对氯苯甲醛多用化学法分析。本文进行了气相色谱法测定对氯苯甲醛的初步研究,结果表明,本法操作简便、快速,定量准确,数据重现性好。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

SP502 型气相色谱仪(附 TCD 检测器);CDMC-2A 数据处理机;对氯苯甲醛标样(自制);氯苯(色谱纯)氯仿(A.R);其他相关试剂为分析纯。

1.2 色谱操作条件

色谱柱:4 mm×2 m 不锈钢螺旋柱,装填 2%SE-30/Chromsorb(AW,DMCS)80~100 目,柱温 100℃。以氮气为载气,流速 30 mL/min,气化和检测温度分别为 100℃和 150℃;桥电流 150 mA;进样量 1 μL。

1.3 实验步骤

1.3.1 对氯苯甲醛标准液的配制 准确称取对氯苯甲醛 5.6 mg 于 50 mL 容量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度,此标准溶液浓度为 112 μg/mL。

1.3.2 内标氯苯标准液的配制准确称取 12.5 mg 内标氯苯于 50 mL 容量瓶中,用氯仿溶解并稀释至刻度,此内标溶液浓度为 250 μg/mL。

1.3.3 工作曲线的制作 用吸量管移取上述对氯苯甲醛标液 0.50、0.75、1.00 和 1.50 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中,并在各容量瓶中加入 1.0 mL 上述内标氯苯溶液,用氯仿定容。进样分析,由 CDMC-2A 数据处理机计算相应数据,并绘制各自的工作曲线。

1.3.4 样品分析 准确称取一定量的对氯苯甲醛样品,采用与制作工作曲线相同的方法对样品进行分析,由色谱数据处理机计算对氯苯甲醛与内标峰的峰面积之比值,并在工作曲线上求得待测样品的浓度。

收稿日期:2003-09-25

作者简介:詹长玉(1962—),男,工程师,山东人,从事色谱分析方法研究。

2 结果与讨论

2.1 分析条件的选择

为了得到合适的分析条件,曾经选用 SE-30、OV-17、OV-210、PEG-20M 等极性不同的色谱柱进行分析,结果表明:随着固定液极性的增强,对氯苯甲醛峰形拖尾趋于严重,故选用 SE-30 柱,峰形比较好。

2.2 方法的精密度

取一定量样品进行平行测定,数据如表 1,结果表明此方法精密度较好。

表 1 精密度试验数据

序 号	1	2	3	4	5	6
测定结果(μg/mL)	12.47	12.39	12.44	12.41	12.50	12.45
标准偏差(μg/mL)	0.040					
变异系数(%)	0.32					

2.3 方法的回收率

在样品中准确加入一定量的对氯苯甲醛及氯苯,用氯仿定容至 10 mL,进样分析,六次试验数据如表 2 所示,回收率试验表明本方法准确、可靠。

表 2 回收率试验结果(n-6)

样品量/μg·mL ⁻¹	加入量/μg·mL ⁻¹	测得量/μg·mL ⁻¹	回收率/%
9.25	2.40	11.80	101.3
9.25	2.40	11.74	100.8
9.25	6.00	15.20	99.7
9.25	6.00	15.23	99.9
9.25	9.00	18.40	100.8
9.25	9.00	18.29	100.2

4 结 论

样品分析所得色谱图中有一个未知峰,其结构有待于进一步研究,但是未知峰的存在并不影响分析结果的准确性。本试验结果表明:用气相色谱法测定对氯苯甲醛的含量,数据准确可靠,操作简便快速。

The Gas Chromatographic Analysis of p – Chlorophenylaldehyde

ZHAN Chang-yu, FU Gui-hua, CHENG Jin-xiang
(Shandong Ruihong Analytical Instrumental company, Shandong Tengzhou, 277500, China)

Abstract: The analytical method of p – Chlorophenylaldehyde by GC has been reported in this paper. The present method is simple, rapid and accurate, the RSD is less than 0.40%. The recovery obtained is in the range of 99.7% to 101.3%.

Key words: Gas Chromatography; p – Chlorophenylaldehyde; dye