

文章编号:1674-2869(2012)2-0032-02

气相色谱法测定间苯氧基苯甲醛

李雪辉,朱怀锐,王璐

(湖北省蕲农化工有限公司,湖北 蕲春 435315)

摘要:为了研究间苯氧基苯甲醛的测定方法,采用了气相色谱面积归一法,使用 ov-17 石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器,柱温 230 ℃,恒温,进样量 0.2 μL,对间苯氧基苯甲醛进行分离与定量分析.结果表明:间苯氧基苯甲醛标准偏差为 0.042,变异系数为 0.042%,平均回收率为 99.98%.该方法能满足分析要求,且简单、快速.

关键词:间苯氧基苯甲醛;气相色谱;面积归一法;定量分析

中图分类号:0657.7⁺1 **文献标识码:**A **doi:**10.3969/j.issn.1674-2869.2012.2.007

0 引言

间苯氧基苯甲醛可用于合成各种拟除虫菊酯类杀虫剂农药(如氯氰菊酯,溴氰菊酯,氰戊菊酯等),简称醚醛^[1].因醚醛是合成农药的中间体,没有国家或行业标准来规范醚醛的分析,各生产厂家的分析标准不一样,我公司对其测定方法进行了研究,制订了测定方法.随着生产工艺的不断改进和技术的提高,我公司的醚醛成品的含量大都在 99.0%~99.8%之间^[2],本研究采用的气相色谱面积归一法测定醚醛的含量,分离效果良好,定量方法简便、快速、稳定、准确.^[3-4]

1 实验部分

1.1 仪器

SP-6890 气相色谱;氢火焰离子化检测器;浙

大 N2000 色谱工作站;30 m×0.32 mm×0.5 μm OV-17 毛细管色谱柱;微量注射器:1 μL.

1.2 试剂

醚醛标准品≥99.5%.

1.3 色谱操作条件:

色谱柱:30 m×0.32 mm×0.5 μm OV-17 毛细管柱;气化温度:280 ℃;检测温度 300 ℃;柱温 230 ℃;氢气 30 mL/min;氮气 30 mL/min;空气 300 mL/min;进样量 0.2 μL;分流比 50:1.

1.4 测定步骤:

在上述操作条件下,用醚醛标准品溶液校正色谱仪,稳定后可平行进样测定其含量.

1.5 色谱图

图 1 为醚醛气相色谱图.

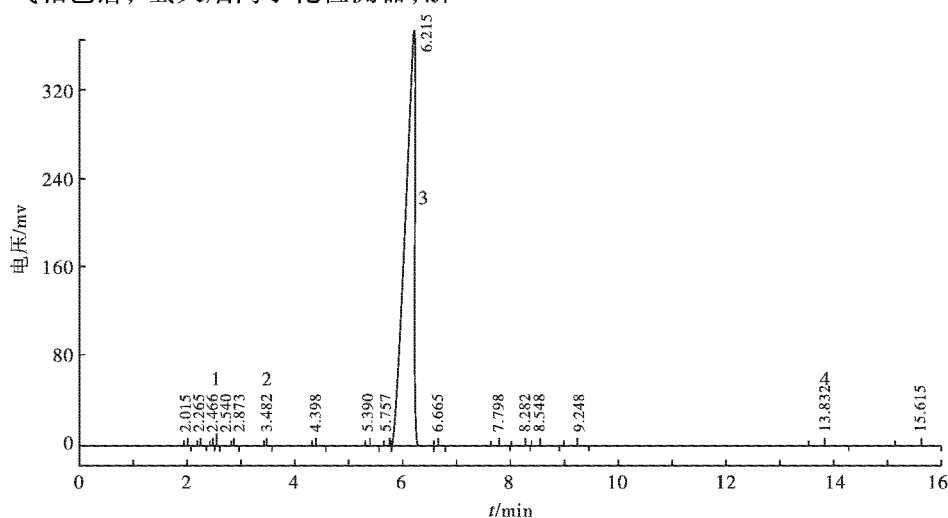


图 1 醚醛气相色谱图

Fig. 1 GC of 3-Phenoxybenzaldehyde

注:1. 间溴苯甲醛;2. 缩醛;3. 醚醛;4. 醚缩醛.

收稿日期:2011-12-27

作者简介:李雪辉(1968-),女,重庆人,工程师.研究方向:化工分析检测.

2 结果与讨论

2.1 分析方法的确定

用质谱仪对醚醛做了全分析,与本方法的气相色谱图比较,所有成分都能出峰,所以可用面积归一法.通过内标法和面积归一法比较,内标法操作比较复杂,面积归一法直接进样简单、方便、快捷,在本方法条件下,醚醛及其杂质能很好分离.谱图中标注了工序中的三个主要中间体和最终成品.

2.2 精密度测定

对同一样品按上述操作条件平行测定数次,醚醛含量的标准偏差为0.042,变异系数为0.042%.

表1 精密度测定
Table 1 Determination of precision

次数	测定值/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	99.03	99.02	0.042	0.042
2	99.00			
3	98.98			
4	99.02			
5	99.09			

2.3 准确度测定

在上述操作条件下,在已知含量的样品中定量加入醚醛标准品,测定其含量,计算回收率,醚醛的回收率为99.92%~100.03%,平均回收率

为99.98%.

表2 准确度测定
Table 2 Accuracy of the determination

序号	加入标准品后 的理论含量/%	实际 含量/%	回收 率/%	平均 回收率/%
1	99.64	99.59	99.95	99.98
2	99.22	99.25	100.03	
3	99.48	99.51	100.03	
4	99.50	99.46	99.96	
5	99.43	99.35	99.92	

3 结 语

间苯氧基苯甲醛完全可以用气相色谱面积归一法进行全分析,本方法简单,快速,精密度和准确度都很高,分离效果超好,能满足分析检测的要求,也能满足工艺的要求,同时能指导生产,值得推广并应用.

参考文献:

- [1] 刁艳萍,王崇磊.乙基氯化物定量内标法气相色谱分析[J].现代农药,2008,7(4):36-37.
- [2] 刁艳萍,王崇磊.50%甲基嘧啶磷乳油的高效液相色谱分析[J].现代农药,2008,7(1):27-28.
- [3] 杨娟,张磊.氰烯菌酯气相色谱分析方法[J].现代农药,2011,10(2):32-33.
- [4] 宋丽华,苗革新.2-羟基-6-氯喹啉含量的测定[J].氯碱工业,2009,45(1):34-36.

Detection of 3-phenoxybenzaldehyde with GC determination

LI Xue-hui, ZHU Huai-rui, WANG Lu
(Qinonghuagong Co. Ltd, Qichun 435315, China)

Abstract: In order to study GC determination of 3-phenoxybenzaldehyde, a GC area normalization method was used, with ov-17 quartz capillary column and hydrogen flame ionization detector, column temperature of 230 °C, constant temperature, the injection amount of 0.2 uL, 3-phenoxybenzaldehyde was separated and analyzed quantitatively. The results show that standard deviation is 0.042, coefficient of variation is 0.042%, the average recovery rate is 99.98%. The method can meet the requirement of the analysis, and this method is very simple and fast.

Key words: 3-phenoxybenzaldehyde; GC; area normalization method; quantitation analysis

本文编辑:张 瑞