

# 用高分子多孔小球色谱柱定量 分析异丙醇

毕富春<sup>1</sup>, 翟立红<sup>2</sup>, 吴国旭<sup>3</sup>, 卢亮亮<sup>2</sup>

(1.南开大学元素有机化学研究所, 天津 300071;

2. 河北省廊坊市诺农生物工程有限公司, 河北 廊坊 065000;

3. 天津渤海职业技术学院 环境工程系, 天津 300402)

## Quantitative Analysis of Isopropyl Alcohol by a Packed Column with Porous Polymer Beads

*Bi Fuchun* (Institute of Elemental Organic Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China)

*Zhai Lihong, Lu Liangliang* (Hebei Langfang nonong bioengineering Co. Ltd., Langfang 065000, China)

*Wu Guoxu* (Tianjin Bohai College of Professional Technology, Tianjin 300402, China)

**Abstract:** A method of quantitative analysis for isopropyl alcohol by a packed column with porous polymer beads has been studied. Conditions were as follows. Column: 2m×0.3mm GDX-502, 100/120 mesh; column temperature: 180°C; temperatures of injector and detector: 250°C, and carried gas: N<sub>2</sub> 13ml/min. The trichloromethane was used as internal standard. This analytical method is linear and reproducible over the range 1.04~8.32μg analyte. A fit these data to a straight line using a least-square routine yields an R (correlation coefficient) value of 0.999 9. The recoveries was 100.3%.

**Key words:** isopropyl alcohol; porous polymer beads; gas chromatography

**摘要:** 研究了用高分子多孔小球色谱柱定量分析异丙醇的分析方法。色谱条件如下: 2m×0.3mm GDX-502, 100/120目。柱温 180°C, 进样口和检测器温度 250°C, 载气 N<sub>2</sub> 13mL/min。使用三氯甲烷作内标物。本方法在1.04~8.32μg质量的进样范围内和峰面积(高)呈线性。相关系数值(R)为0.999 9。异丙醇分析的回收率为100.30%。

**关键词:** 异丙醇; 高分子多孔小球; 气相色谱法

中图分类号: S482; O657.7<sup>+1</sup> 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2010) 07-36-03

异丙醇工业品的定量分析方法, 国外标准是气相色谱法<sup>[1]</sup>, 采用不锈钢填充柱, 固定液用聚乙二醇400, 定量方法为峰面积归一化法。我

国的标准<sup>[2]</sup>, 采用毛细管柱峰面积归一化法, 对仪器配置要求较高, 作者用高分子多孔小球 GDX-502做固定相, 通过对大量化合物的内标

返修日期: 2011-05-03

作者简介: 毕富春(1945-), 男, 北京人, 高级工程师, 主要从事农药分析和生物测定相关工作。联系电话: 022-23503054; E-mail: bifuchun@nankai.edu.cn。

筛选试验,发现以三氯甲烷作内标物,对异丙醇工业品进行内标法定量分析,分析的准确度和精密度都较好,可作为使用异丙醇的单位进行质量监测。

## 1 实验部分

1.1 仪器和试剂 仪器: HP6820 气相色谱仪 FID检测器(美国Agilent Technologies公司)。试剂: 异丙醇 99.7%, 三氯甲烷99.0%, 不含有干扰分析的杂质。苯99.5%(天津试剂三厂)。异丙醇工业品(生产厂家不详)。

1.2 色谱条件 色谱柱: 2m×3mm(i.d.)GDX-502 120~150 $\mu$ m(天津试剂二厂)玻璃柱。温度( $^{\circ}$ C): 柱室180, 进样口和检测器250; 气体(mL/min): 载气( $N_2$ ) 13, 空气 300, 燃气( $H_2$ ) 30。进样量: 0.2 $\mu$ L。

在上述色谱条件下,保留时间,异丙醇约3.5min,内标物5.5min,色谱(图1、2)。

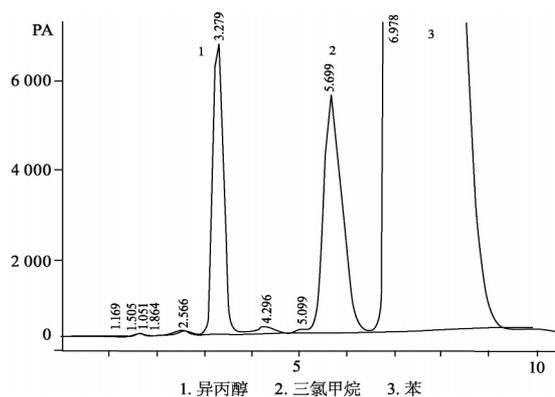


图1 异丙醇标样气相色谱图

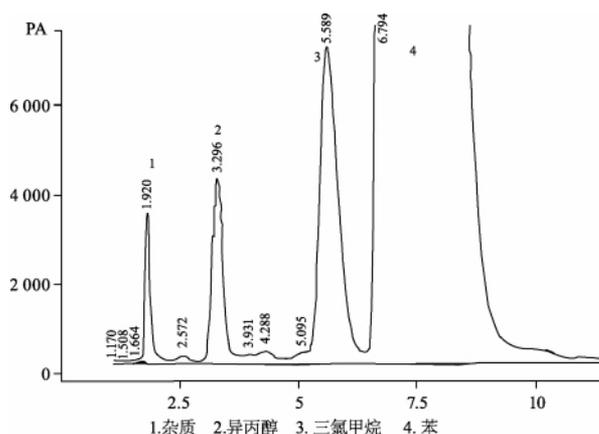


图2 异丙醇工业品气相色谱图

## 1.3 测定步骤

1.3.1 内标液的配制 称取三氯甲烷22.5g于25mL容量瓶中,用苯稀释至刻度。

1.3.2 标样溶液和样品溶液的配制 称含异丙醇有效成分0.1g(精确至0.000 2g)的标样或样品于10mL容量瓶中,加2mL内标液,再用苯稀释至刻度。

1.3.3 测定 在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针相对响应值,待相邻两针的相对响应值变化<1.5%以后,按照下列顺序进样分析:标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.3.4 计算 将测得两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中异丙醇与内标物的峰高或峰面积之比,分别进行平均。以质量百分数表示的异丙醇含量( $X$ )按以下公式计算:

$$X = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中:  $r_1$ —标样液溶液中,异丙醇与内标物的峰高或峰面积比的平均值;

$r_2$ —试样液溶液中,异丙醇与内标物的峰高或峰面积比的平均值;

$m_1$ —异丙醇标样的质量, g;

$m_2$ —试样样品的质量, g;

$p$ —标样中异丙醇的质量百分数, %。

## 2 结果与讨论

2.1 异丙醇分析方法的线性 标样质量/内标质量与标样峰面积/内标峰面积的相关线性为:  $Y = 0.010 + 48.87x$ , 相关系数(R) 0.999 9。标样质量/内标质量与标样峰高/内标峰高的相关线性为:  $Y = -4.13 + 94.55x$ , 相关系数(R) 0.999 9。说明当异丙醇进样质量在1.04~8.32 $\mu$ g时,与峰面积(高)呈现较好的线性关系。

2.2 异丙醇分析的准确度 准确称取含异丙醇有效成分0.05g(精确至0.000 2g)试样4份于4个10mL容量瓶中,加2mL内标液后,用苯释至刻度。准确称取异丙醇标样0.5g(精确至0.000 2g)于10 mL容量瓶中,用苯释至刻度,振摇溶解为加标溶液。待分析完试样的质量浓度后,分别

表1 异丙醇不同进样质量比和应峰高和峰面积的比

标样质量/内标质量	0.001 389	0.002 778	0.005 556	0.011 111	0.022 222
标样峰面积/内标峰面积	0.075 868	0.146 380	0.280 440	0.555 183	1.094 993
标样峰面高/内标峰面高	0.131 813	0.261 118	0.513 464	1.094 993	2.099 023

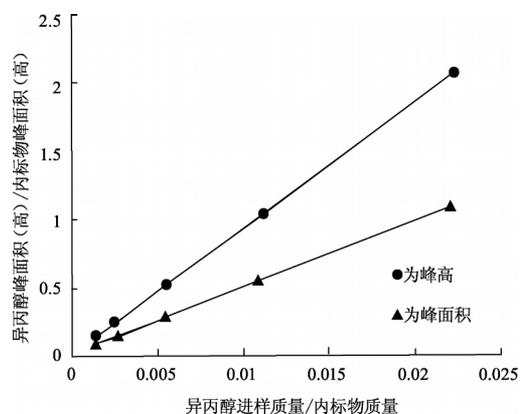


图3 异丙醇分析的标准曲线

在4份试样中,加1mL加标溶液,振摇混匀,按本文方法测定出加标试样浓度,按朱会云介绍

的公式进行计算<sup>[3]</sup>。

从表2看出,异丙醇的分析的回收率在98.5~102%之间,平均回收率100.3%,能够满足定量分析的要求。

2.3 异丙醇分析的精密性 通过对同3批异丙醇工业品4次取样分析,每批异丙醇平均含量均在50%左右,异丙醇的含量均很低,应是伪劣产品。需要特别指出的是工业用异丙醇的含量,按国家标准应该为99.7%,所以采购异丙醇时,应该尽量采用知名度高企业,并在使用前一定要做含量测定。本分析的变异系数<2% (表3),分析的精密性可满足一般定量分析的要求。

表2 异丙醇分析的回收率

加标试样测定值 (mg)	试样测定值 (mg)	标样添加量 (mg)	实测添加量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
100.78	49.80	50.0	50.98	101.96	100.30
100.33	50.01	50.0	50.32	100.64	
100.05	50.01	50.0	50.04	100.08	
99.49	50.23	50.0	49.26	98.52	

表3 异丙醇工业品分析的精密性

样品	取样序号 (质量分数, %)				平均质量分数 (%)	变异系数 (%)	变异系数允许范围 (%)
	1	2	3	4			
异丙醇工业品	49.20	49.01	49.29	50.54	49.51	1.41	
异丙醇工业品	50.50	50.04	51.09	49.91	50.39	1.06	1~2
异丙醇工业品	50.09	51.24	50.37	49.89	50.40	1.18	

## 参考文献

1 FAO 粮农组织. Prepared at the 51st JECFA (1998), published in FNP 52 Add 6 (1998).

2 中华人民共和国国家标准. GB/T 7814-2008 工业用异

丙醇. 中国标准出版社,北京:2008.

3 朱会云. 也谈回收率的计算[J]. 中国环境监测,1996,12(6):53.