

氰基丙烯酸甲氧基乙酯中微量杂质的毛细管气相色谱分析

高峰

(烟台工程职业技术学院, 山东 烟台 264006)

摘要: 采用毛细管气相色谱法对氰基丙烯酸甲氧基乙酯中微量氰基丙烯酸甲酯、氰基丙烯酸乙酯进行了分析。色谱柱为 60 m×0.35 mm.i.d.peg-20 M 石英毛细管柱, FID 氢火焰检测器, 柱温 150 °C, 以 5 °C/min 升温至 200 °C 恒温, 内标法定量, 回收率 98.0 %~99.8 %, 相对标准偏差 < 2 %。该方法准确、快速, 结果准确。

关键词: 分析检测; 毛细管气相色谱; 氰基丙烯酸甲氧基乙酯; 杂质

中图分类号: O657.7; TS261.7 文献标识码: B 文章编号: 1001-9286(2010)08-0096-02

Analysis of Trace Impurity in Methoxylethyl Cyanoacrylate by Capillary Gas Chromatography

GAO Feng

(Yantai Engineering Occupational Techniques College, Yantai, Shandong 264006, China)

Abstract: Trace methyl 2-cyanoacrylate and ethyl cyanoacrylate in methoxylethyl cyanoacrylate were measured by capillary gas chromatography. The chromatographic column was 60 m×0.35 mm.i.d.peg-20M silica capillary column, FID hydrogen flame detector, column temperature was at 150 °C and then increased to 200 °C (temperature rise rate as 5 °C/min), quantitative determination by internal standard method, the recovery rate was between 98.0 %~99.8 %, and RSD was less than 2 %. Such method had the advantages including rapid and accurate measurement.

Key words: analysis and determination; capillary gas chromatography; methoxylethyl cyanoacrylate; impurity

氰基丙烯酸甲氧基乙酯是生产胶粘剂的重要化工原料,可广泛用于医学、牙科及各种物质的粘连等^[1-2]。在制备氰基丙烯酸甲氧基乙酯的过程中,会产生氰基丙烯酸甲酯、氰乙酸乙酯等杂质。这些物质当含量超过 0.5 % 时,就会影响氰基丙烯酸甲氧基乙酯制备胶粘剂的质量。目前,进口氰基丙烯酸甲氧基乙酯使用效果好的主要原因是它的产品质量好,杂质含量低于 0.5 %。所以,对其进行质量鉴定十分必要。有关氰基丙烯酸甲氧基乙酯中微量杂质的分析至今未见报道。本文针对氰基丙烯酸甲氧基乙酯中微量杂质进行了定性、定量分析,建立了一个操作方便、准确的分析方法,从而更有效地控制和提高产品质量。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

仪器:日本岛津制作所生产的 GC-9A 气相色谱仪;FID 氢火焰检测器;C-R6A 数据处理机。

试剂:氯仿为分析纯;氰基丙烯酸甲酯、氰基丙烯酸

乙酯、氰乙酸烯丙酯(内标物),皆大于 99.5 %。

1.2 色谱条件

色谱柱:60 m×0.35 mm.i.d.PEG-20 M 石英毛细管柱;柱温 150 °C,以 5 °C/min 升温至 200 °C 恒温;检测室和汽化室为 250 °C;柱前压 1.25 kPa;分流比 1.60;进样量 3 μL。

1.3 标样的制备

内标液的配制:准确称取 6.2500 g 氰乙酸烯丙酯于 250 mL 容量瓶中,用氯仿稀释至刻度,配成 25 mg/mL。

标样混合液的配制:分别称取氰基丙烯酸甲酯、氰基丙烯酸乙酯各 1.2500 g 于 100 mL 容量瓶中,用氯仿稀释至刻度,配成 12.5 mg/mL。

1.4 定性分析

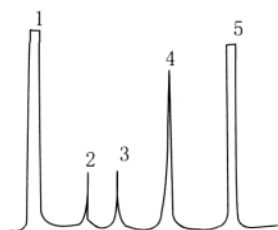
采用标准样对照定性,将未知物保留时间与标准物保留时间比较,从而判定未知峰。典型色谱图见图 1。

1.5 定量分析

采用内标法定量,称取 0.1000 g 样品于 25 mL 具塞试管中,加入 1 mL 内标液,用氯仿稀释至刻度。摇匀后

收稿日期:2010-04-27

作者简介:高峰(1969-)男,在职工程硕士,高级讲师,现从事发酵专业教学工作,发表专业论文多篇。



注:1.氯仿;2.氰基丙烯酸甲酯;3.氰基丙烯酸乙酯;4.氰乙酸烯丙酯(内标物);5.氰基丙烯酸甲氧基乙酯。

图1 氰基丙烯酸甲氧基乙酯样品分离色谱图

进样分析。典型的分析结果列于表1。

杂质组分	样品1	样品2
氰基丙烯酸甲酯	1.586	1.669
氰基丙烯酸乙酯	1.892	1.925

2 结果与讨论

2.1 色谱柱和柱温的选择

氰基丙烯酸甲酯和氰基丙烯酸乙酯为难分离物质对。在填充柱分析中由于填充柱柱子短、柱效低,存在纵向扩散,在色谱图上表现为一个混合峰,难以分离。而毛细管色谱柱柱效要比填充柱高很多,由于渗透压比填充柱高得多,故压力降一样时,可通过加长色谱柱长度提高柱效,达到分离目的。本文采用了60 m×0.35 mm.i.d.PEG-20 M 石英毛细管柱即可对其进行完全分离。同时,在柱温上采用了程序升温,避免了峰形加宽,灵敏度得到了提高,在保证完全分离情况下,能快速出峰。实验中选取了柱温150℃以5℃/min升温至200℃恒温,结果见图1。

2.2 标准曲线

本文采用内标标准曲线法。在6支25 mL具塞试管中分别加入62.5 μL、125 μL、0.25 mL、0.5 mL、1 mL和2 mL标样混合溶液,再分别加入1 mL内标溶液,以氯仿稀释至刻度,配成一系列不同浓度的标准溶液。标准溶液进行色谱分析,得到杂质X(μg/g)与待测组分面积 A_i 和内标物面积 A_s ,以 $A_i/A_s(Y)$ 以标准溶液浓度(X)作图,得到内标标准曲线。经线性回归得到,在31~

500 μg/mL, 氰基丙烯酸甲酯成线性, 回归方程 $Y=1.2511X+0.0312, Y=0.995$; 在31~500 μg/mL, 氰基丙烯酸乙酯成线性, 回归方程 $Y=1.8633X+0.0416, Y=0.997$ 。

2.3 回收率和精密度

2.3.1 回收率

在已被测定过的样品中, 准确加入已知量的氰基丙烯酸甲酯和氰基丙烯酸乙酯, 在与样品相同条件下测定, 求出回收率。

表2 回收率试验结果

组分	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
氰基丙烯酸甲酯	1.5625	1.5694	99.8	98.9
	0.7813	0.7657	98.0	
氰基丙烯酸乙酯	1.5625	1.5516	99.3	98.5
	0.7813	0.7696	98.5	

2.3.2 精密度

某一样品, 重复进样分析后, 进行统计处理, 以相对标准偏差表示精密度, 计算结果见表3。

表3 精密度试验结果 (n=6)

组分	平均值 (mg/g)	标准偏差 (mg/g)	相对标准偏差 (%)
氰基丙烯酸甲酯	1.012	1.27	1.5
氰基丙烯酸乙酯	1.126	1.36	1.5

3 结论

本方法采用了内标法, 对氰基丙烯酸甲氧基乙酯中微量氰基丙烯酸甲酯、氰基丙烯酸乙酯进行了分析。方法准确可靠, 精密度和准确度均符合要求, 适合于厂矿企业质量控制分析。

参考文献:

- [1] Encyclopedia of Chemical Technology[M]. New York: John Wiley & Sons Inc, Voll, Third Edition, 1978:408.
- [2] 《实用精细化学品手册》编写组. 补助精细化学品手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 1996.1692

湖北省白酒品酒技能大赛举行

本刊讯 2010年6月30日至7月3日, 第二届全国白酒职业技能竞赛湖北赛区的初赛在武汉临江饭店举行。湖北省酒协、轻纺烟草工会的主要领导以及白云边、稻花香、枝江、劲酒的总工程师出席了此次技能大赛。同时, 中国酿酒工业协会处长唐小雨、湖北省职业技能鉴定指导中心的领导及湖北省总工会经济部部长等也亲临现场指导这次技能鉴定工作。

此次技能大赛与二、三级品酒师技能鉴定同时举行, 全省共有22家白酒企业, 105名相关技术人员参加。湖北白云边集团高度重视, 派出16名技术人员参加。

经过两天的强化培训和两天紧张而严格的考核, 综合理论和实践考试成绩突出, 白云边参加品酒师技能鉴定的人员全部通过了考核, 白云边将新增加6名二级品酒师和8名三级品酒师。(刘圆圆)