

# 气相色谱法测定苯酚中的杂质

## 1 应用范围:

本方法介绍了气相色谱法测定双酚-A 工艺中循环进料罐里苯酚中的杂质的方法，但是本方法不能测定邻-甲酚，因此需用另外的方法来测定邻-甲酚。

## 2 方法概述:

通过使用内标物，用气相色谱法测定苯酚原料中的杂质，各种杂质质量可根据各自的峰面积与内标物的峰面积的比值来计算。

## 3 仪器：

### 3.1 带色谱工作站的气相色谱仪：

检测器：FID

最小测能力： $<5\text{pg}$

线性动态范围： $>10^6$

### 3.2 色谱柱

### 3.3 微量注射器：10 和 $50\mu\text{L}$

### 3.4 恒温浴：控制温度在 $60\pm5^\circ\text{C}$

### 3.5 分析天平：能精确称量到 $0.1\text{mg}$

### 3.6 螺纹口瓶：10-20mL

### 3.7 烧杯：20 和 50mL

### 3.8 移液管：1 和 10mL

## 4 试剂：

除了特别说明，所有测定中使用的试剂都是分析纯试剂

丙酮醇

丙酮

苯乙酮

$\alpha$ -甲基苯乙烯

甲苯

2、3-苯酚呋喃

异丙基苯

四甲基苯

苯乙酸

二甲基苯甲醇

**苯酚：**必须用高纯度的苯酚，使用前需用气相色谱仪在规定的条件下测定苯酚含量，保证其没有杂质。

邻-甲酚

间-甲酚

对-甲酚

**氦气：**纯度超过 99. 99%

**氢气：**纯度超过 99. 99%

空气

## 5 仪器参数：

柱温：温度从 50°C 以 10°C/min 的加热速率下升到 200°C，然后保持温度在 200°C

进样温度：220°C

检测温度：300°C (FID)

载气：氦气，12mL/min

分流比：1/5

进样量：0.4 μL

## 6 内标物校正因子的测定：

### 6.1 准备用来标定的高含量标样

6.1.1 在恒温浴中溶解好 20g 高含量的苯酚

6.1.2 将 10mL 的移液管放在恒温浴中加热

6.1.3 用加热过的 10mL 移液管将约 5g 的熔化的苯酚加入到 10mL 的螺纹口瓶中并盖上瓶口

6.1.4 当苯酚冷却后，称重，精确到 0.1mg

6.1.5 按照下面的清单加入下列化合物到螺纹口瓶中

6.1.6 称取各种化合物的质量，精确到 0.1mg，加入瓶中，盖好瓶口

| 各种杂质化合物  | 质量 mg |
|----------|-------|
| 四甲基苯     | 50    |
| 丙酮醇      | 150   |
| 丙酮       | 40    |
| 甲苯       | 40    |
| α-甲基苯乙烯  | 50    |
| 2、3-苯酚呋喃 | 100   |

|               |     |
|---------------|-----|
| 苯乙酮           | 50  |
| 异丙基苯          | 50  |
| 苯乙酸           | 100 |
| 二甲基苯甲醇        | 100 |
| Mesityl oxide | 50  |
| 邻-甲酚          | 50  |
| 间-甲酚          | 50  |
| 对-甲酚          | 50  |

## 6.2 准备用来标定的低含量标样 (ppm)

6.2.1 在恒温浴上加热高含量标样和 50 μL 的微量注射器 (注) 温度不要超过 60°C

6.2.2 用 50 μL 的经加热的微量注射器将 25 μL 的熔化的高含量标样加入到 10mL 的螺纹口瓶中。

6.2.3 称取高含量样品的质量，精确到 0.1mg

6.2.4 加入约 4g 熔化的高纯度的苯酚

6.2.5 将混合物冷却称重，精确到 0.1mg

6.2.6 用下面公式计算各个组分的含量

$$C_i = [(W_i \times W_m) / (W_t \times (W_m + W_p))] \times 10^6$$

式中： $C_i$ ：i 组分的含量

$W_i$ ：根据 6-1) 得到的 i 组分的质量

$W_t$ ：根据 6-1) 得到的所有组分的质量

$W_m$ ：根据 6-2) 得到的高含量标样的质量

$W_p$ ：根据 6-2) 得到的苯酚的质量

(注) 将准备的低含量标样冷藏

## 6.3 以四甲基苯为内标物校正因子的测定：

6.3.1 在恒温浴上加热低含量标样和 10 μL 的微量注射器

6.3.2 在第五部分中仪器规定的操作条件下测定标样

6.3.3 通过下面方程计算各个组分和四甲基苯的校正因子

$$F_i = (C_i \times A_d) / (C_d \times A_i)$$

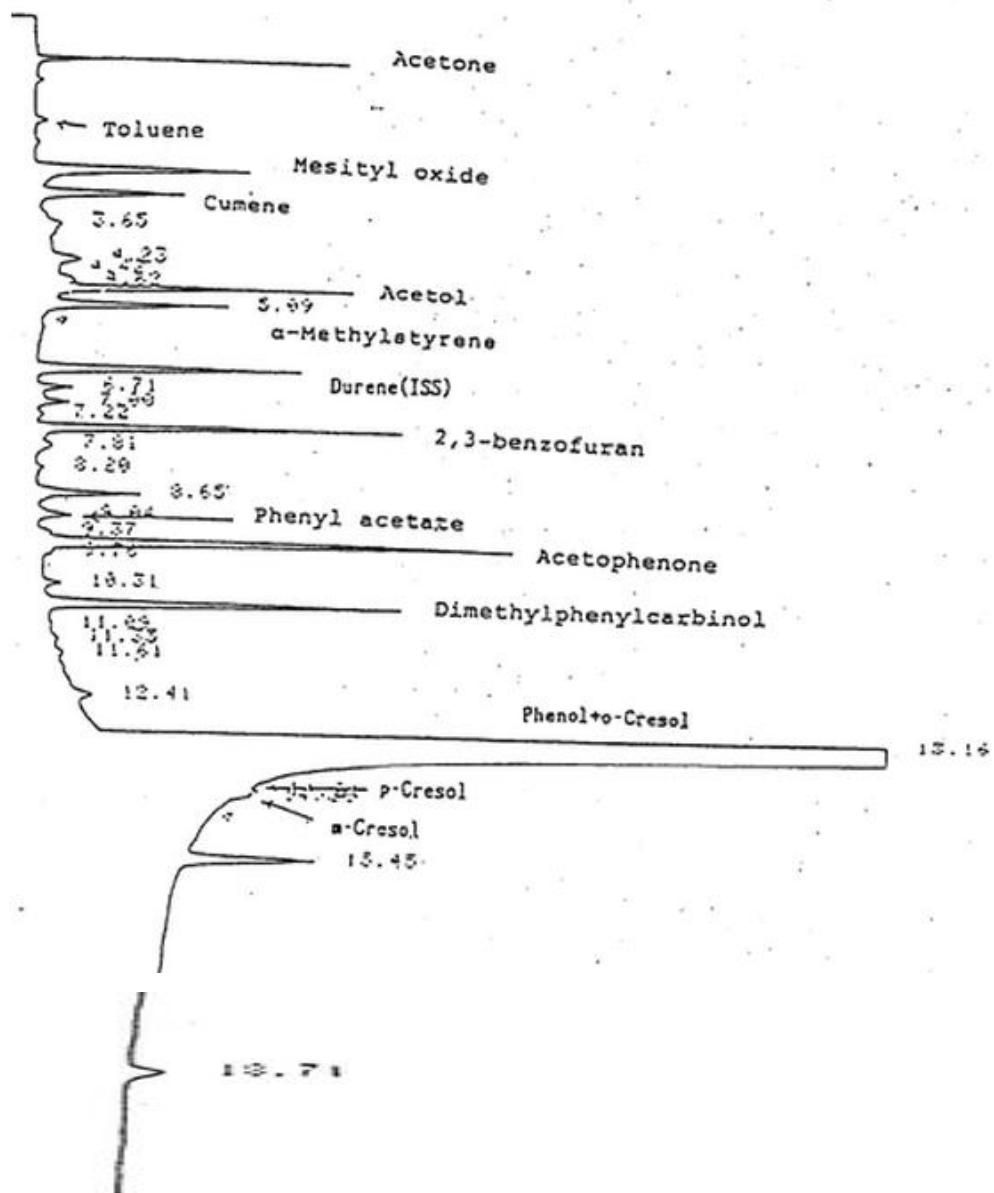
式中： $F_i$ ：i 组分的和四甲基苯的校正因子

$C_i$ ：i 组分的含量

$C_d$ ：四甲基苯的含量

A<sub>i</sub>: i组分的峰面积

A<sub>d</sub>: 四甲基苯的峰面积



#### 7 制备内标物质（1%四甲基苯）：

将约 0.1g 四甲基苯加入 20mL 螺纹口瓶中，称得的四甲基苯质量精确到 0.1mg，向瓶中加入 10g 熔化的高纯苯酚，冷却后称重，精确到 0.1mg。

按照下式计算四甲基苯的含量：

$$D = [WD / (WD + W_p)] \times 100$$

式中：D：内标物中四甲基苯的含量

WD：四甲基苯的质量

W<sub>p</sub>：高纯合成苯酚的质量

## 8 分析步骤:

在恒温浴中熔化约 10g 样品和内标物，加热一个 10 μL 和 50 μL 的微量注射器，用 50 μL 经过加热的微量注射器将约 25 μL 熔化的内标物加入到 10mL 的螺纹口瓶中，称取内标物质量，精确到 0.1mg，向瓶中加入约 4g 的熔化的样品，将混合物冷却，称重，精确到 0.1mg，混合物后用 10 μL 的微量注射器进样，按照第五部分中仪器规定的操作条件，测定混合标样。

## 9 计算:

用下式计算各组分的含量：

$$Cx_i = [ (A_i \times F_i \times W_{is} \times D) / (A_d \times W) ] \times 10^4$$

式中： $Cx_i$ ：样品中 i 组分的含量

$A_i$ ：样品中 i 组分的峰面积

$A_d$ ：四甲基苯的峰面积

$F_i$ ：i 组分和四甲基苯的校正因子

$W_{is}$ ：加入的内标物质的质量 (g)

$D$ ：内标物中四甲基苯的含量

$W$ ：样品的质量 (g)

## 10 结果：

在 10ppm 或以上的情况下，样品中杂质的量应记录到 2 位有效字；在 10ppm 以下，记录到 1 位有效数字。