# 丙酮中苯残留的气相色谱检测方法

来源：网络 作者：轻吟低唱 更新时间：2024-01-10

*丙酮在维生素B12等药品生产中作为溶媒起着十分重要的作用，下面是小编搜集整理的一篇探究丙酮中苯残留的气相色谱检测方法的论文范文，供大家阅读参考。 丙酮是重要的有机合成原料，用于生产环氧树脂、有机玻璃、医药、农药等，亦是良好溶剂，在维生素...*

丙酮在维生素B12等药品生产中作为溶媒起着十分重要的作用，下面是小编搜集整理的一篇探究丙酮中苯残留的气相色谱检测方法的论文范文，供大家阅读参考。

丙酮是重要的有机合成原料，用于生产环氧树脂、有机玻璃、医药、农药等，亦是良好溶剂，在维生素B12等药品生产中作为溶媒起着十分重要的作用。国家药品标准中未对丙酮中苯残留量进行检测，按照欧美等药品认证和注册要求应对产品中的苯残留量进行控制和讨论。丙酮作为生产中的溶剂是引入苯的可能来源。但由于丙酮生产主要以合成法中异丙苯法为主，因此生产过程中会产生苯残留，而且苯在《中国药典(二部)》中是第一类溶剂[1],对人体有很大的危害，因此测定丙酮中苯残留量对产品质量和安全性非常重要。基于以上原因，本文试图建立丙酮溶剂中苯含量的检测方法。

1材料与方法

1.1试验材料

1)岛津GC-202\_气相色谱仪，日本岛津。

2)异丙醇、苯(购自天津市凯通化学试剂有限公司)，甲醇(购自天津康巢生物医药有限公司)。

3)色谱条件：毛细管色谱柱(聚乙二醇20000R毛细管柱(50m0.30mm1.0氢火焰离子检测器;载气高纯氦气;分流进样，分流比为50∶1,进样口温度150℃;检测器温度250℃;设置程序升温，初温45℃，以6.5℃/min的升温速率升至100℃保持10min;柱流量21.00mL/min;吹扫流量3.0mL/min;附加流量控制30.00mL/min.进样量1L.

4)溶液的配制。

①供试溶液：待检丙酮样品。

②对照品溶液(a)的制备：取0.5mL异丙醇加于0.5mL甲醇中，用供试液稀释至100.0mL.取1.0mL用供试液稀释至10.0mL,摇匀，即得。

③对照品溶液(b)的制备：取100L苯于100.0mL容量瓶，用供试液稀释至刻度。取0.20mL用供试液稀释至100.0mL,摇匀，即得。

1.2试验方法

1)系统适用性试验。取上述对照品溶液(a)1L,连续进样5次。考察理论塔板数202\_、拖尾因子为0.9~1.5,峰面积相对标准偏差应小于5.0%,对照品溶液(a)中杂质A与杂质B分离度应5.0.

2)线性关系考察[2-3].精密称取苯2.0mg置于100mL容量瓶中，加丙酮振摇，稀释至刻度，摇匀。

分别精密移取此溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2mL,置100mL容量瓶中制成浓度分别为0.04、0.08、0.12、0.16、0.20、0.24g/mL的溶液，分别吸取上述溶液1L注入气相色谱仪，记录峰面积，以对照品溶液浓度为横坐标，苯峰面积为纵坐标绘制标准曲线。相关系数R2应大于0.99.

3)精密度。取浓度为0.08g/mL的溶液1L注入气相色谱仪，连续进样6次，记录色谱图，然后计算6次测试的峰面积的相对标准偏差应不大于2.0%.

4)检测限与定量限[4].

①空白，不进样品，仅记录图谱。

②取上述对照品溶液(b)，逐级稀释进样，按上述方法测定，计算信噪比，直至符合S/N=3的标准为检测限，S/N=10的标准为定量限。

5)专属性。分别量取对照品溶液(a)、对照品溶液(b)和供试品溶液1L进样，记录色谱图，供试品溶液中色谱峰和对照溶液(b)中色谱峰的保留时间应保持一致。

6)耐用性。调整检测器、进样口的温度分别上下浮动5℃，稳定后取浓度为0.16g/mL溶液注入气相色谱仪，记录色谱图，记录苯峰面积。相对标准偏差应不大于2.0%.

2结果与分析

1)系统适用性试验。测定的理论塔板、分离度、拖尾因子均在控制范围内，供试品连续5次测定峰面积的RSD值为5.2%.如表1.

2)线性关系考察。绘制标准曲线(如图1)，线性回归方程为y=1141.6x-1.78,相关系数R2=0.999,即在0.04~0.24g/mL范围具有良好的线性关系。

3)重复性。取浓度为0.08g/mL的溶液1L注入气相色谱仪，连续进样6次，记录色谱图，然后计算6次测试的峰面积的相对标准偏差为0.48%(表2)。

4)检测限与定量限。取对照品溶液(b)，逐级稀释进样，按上述方法测定，计算信噪比，直至符合S/N=3的标准为检测限0.02mg/L,S/N=10的标准为定量限0.07mg/L.

5)专属性考察。分别量取对照品溶液(a)、对照品溶液(b)和供试品溶液1L进样，记录色谱图，供试品溶液中色谱峰和对照溶液(b)中色谱峰的保留时间应保持一致。结果见图2.

6)耐用性考察。调整色谱条件中的检测器的温度分别设置为245、250、255℃;进样口温度分别设置为145、150、155℃。计算不同温度条件下的相对标准偏差均不大于2.0%.结果见表3.

3讨论与小结

本文采用气相色谱法测定丙酮中苯的残留量，精密度及检测限均达到要求，供试品溶液主要组分为丙酮，而丙酮本身可能含有丙酸、异丙醇等杂质而对检测造成干扰，试验中采用程序升温[3]有效地减少了供试品的拖尾和扩展，起始温度45℃，以6.5℃/min的速度将温度升高至100℃保留10min,同时分流进样减少各杂质峰和主峰的拖尾及其相互间的重叠。

采用分流进样，当样品注入分流进样口以后，仅有极少部分样品进入毛细管柱，其余绝大部分样品随载气由分流气体出口逸出放空。分析时分流比为50∶1[参照文献[4]分流比范围为(10∶1)~(100∶1)],可避免毛细管柱的超载，保持高柱效。

目前，采用气相法测定苯含量的相关文献报道很多[5-8].文献[2]中采用AC-1固定相的毛细管柱进行分离，色谱图显示各杂质间分离效果不是很理想，本文采用毛细管程序升温气相色谱法测定丙酮中苯含量分离效果良好;定量准确，检测限为0.02mg/L;线性考察回归方程为y=1141.6x-1.78,相关系数R2=0.999,即在0.04~0.24g/mL范围内的线性关系良好;精密度均不大于2.0%;耐用性考察结果均符合要求。得到了满意的分析结果，可用于丙酮中苯残留含量的测定。

参考文献

[1]国家药典委员会.中华人民共和国药典(二部)[M].北京：化学工业出版社，202\_:附录54.

[2]秦剑红，夏雷磊，陈伟.气相色谱法测定大观霉素丙酮中的苯含量[J].中国现代药物应用，202\_,4(1)：20-21.

[3]刘珍.化验员读本(下册)[M].北京：化学工业出版社，202\_.

[4]夏玉宇.化验员实用手册[M].2版.北京：化学工业出版社，202\_.

[5]魏乐坤，贾庆文.毛细管气相色谱法测定盐酸氟西汀中苯的残留量[J].科技咨询导报，202\_(24)：125.

[6]周新荣，刘红，路胜.奥扎格雷原料中有机溶剂苯残留检测方法的改进[J].黑龙江医药，202\_,23(2)：193-194.

[7]杨必勇.气相色谱法测定酮洛芬中苯的残留量[J].中国药业，202\_,18(7)：22.

[8]杭玮玮.顶空进样气相色谱法测定药物U的苯残留量[J].健康必读(中旬刊)，202\_,11(3)：323.

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！