

解决方案 | 气相色谱法测定异喹啉的纯度

异喹啉 (isoquinoline) 即苯并吡啶, 是由萘中的一个 β -CH 基团被氮替换衍生出来的杂环化合物, 与喹啉互为同分异构体, 有芳香性。工业上主要以煤焦油粗喹啉馏分为原料, 通过磺化、分级结晶、过滤、重结晶、氨水分解、洗涤和精馏制备。异喹啉是一种重要的有机中间体, 其可用作合成药物、染料、杀虫剂的中间体及气相色谱固定液、阴离子交换树脂、可溶性酚醛树脂固化剂等。

作为重要的有机合成中间体, 异喹啉的纯度直接影响反应的进行及其产品的质量。工业品异喹啉的纯度检测参考 GB/T30054-2013 异喹啉, 应用气相色谱法。本文利用 GC-4100 气相色谱仪、氢火焰检测器建立测定异喹啉纯度的方法, 供相关人员参考。

实验部分

仪器设备

GC-4100 气相色谱仪 (配 FID 检测器)

微量注射器

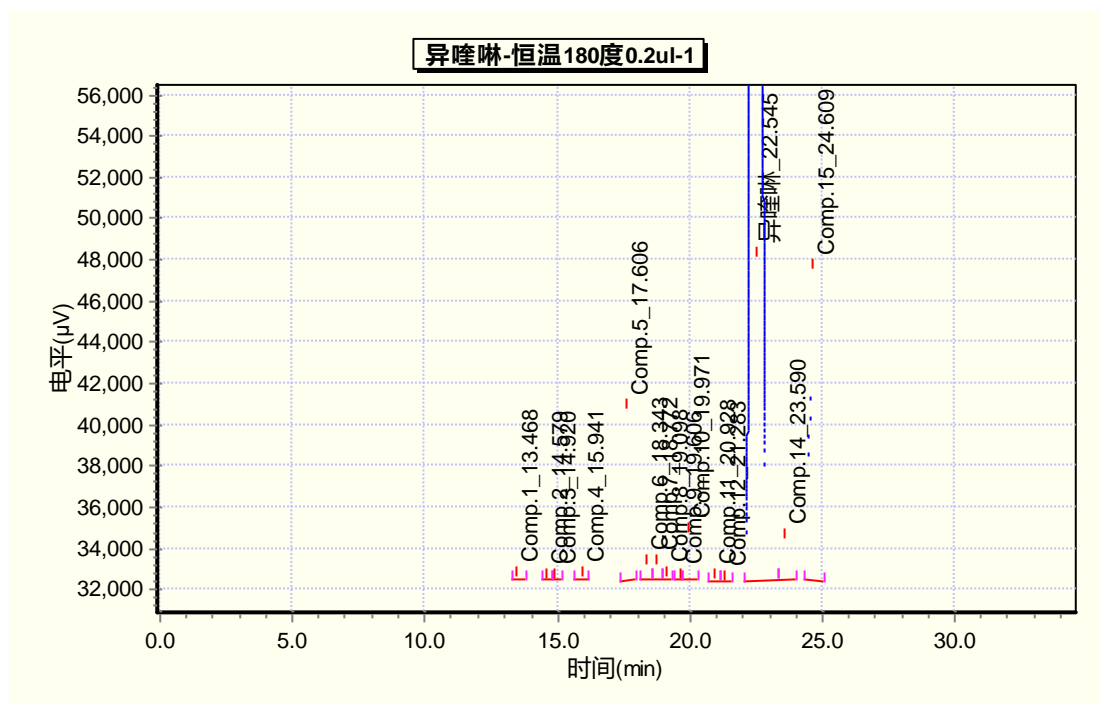
实验条件

柱箱温度	180°C	检测器名称	氢焰(FID)
进样口温度	250°C	检测器温度	260°C
柱流量	1.5 mL/min	尾吹类型	氮气

分流流量	75.0 mL/min	尾吹流量	20.0 mL/min
色谱柱名称	AB-Inowax	衰减	1
色谱柱规格	60.0m*0.32mm*0.5μm	灵敏度	高
进样量	0.2μL		

实验结果

样品谱图-1:

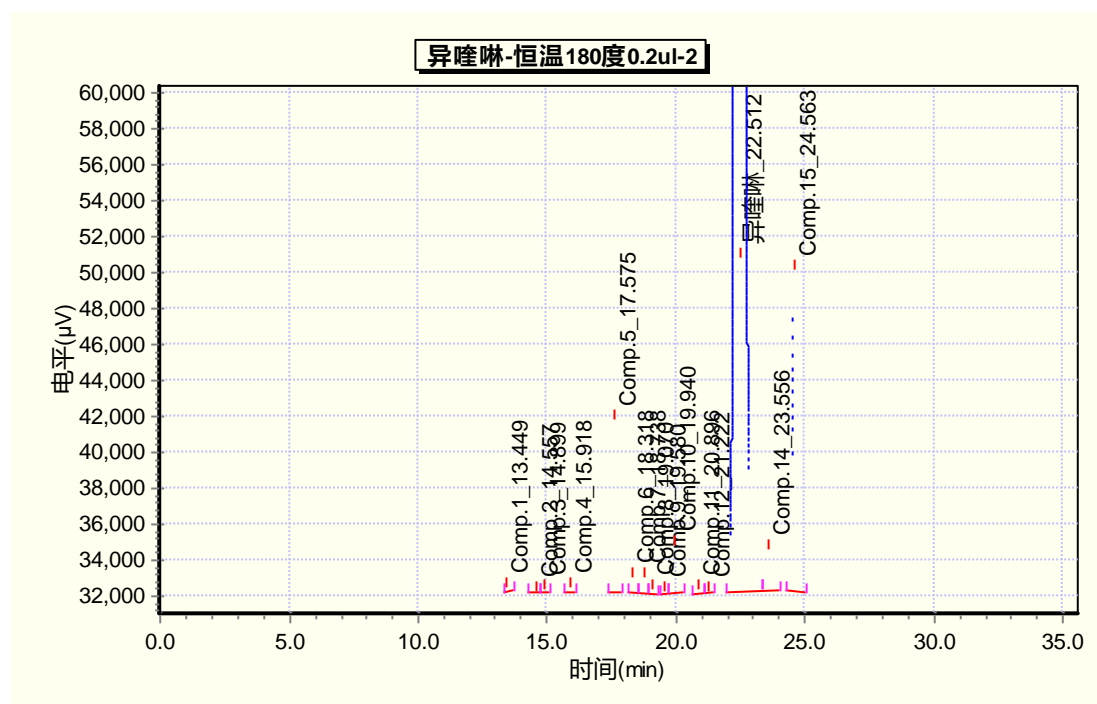


定量方法：归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	Comp.1	13.468	200	2819	0.01%
2	Comp.2	14.579	98	1030	0.0047%
3	Comp.3	14.920	156	1920	0.0087%
4	Comp.4	15.941	276	3823	0.02%
5	Comp.5	17.606	8338	90140	0.41%
6	Comp.6	18.343	752	8524	0.04%
7	Comp.7	18.772	821	10862	0.05%
8	Comp.8	19.098	253	2617	0.01%
9	Comp.9	19.606	141	1571	0.0072%
10	Comp.10	19.971	2367	28389	0.13%
11	Comp.11	20.928	168	2191	0.010%
12	Comp.12	21.283	128	2061	0.0094%

13	异噻啉	22.545	1228809	2.1579E+7	98.25%
14	Comp.14	23.590	2048	26558	0.12%
15	Comp.15	24.609	15729	202436	0.92%

样品谱图-2:



定量方法: 归一法

序号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	样品含量
1	Comp.1	13.449	238	2852	0.01%
2	Comp.2	14.557	124	1336	0.0059%
3	Comp.3	14.899	194	1912	0.0084%
4	Comp.4	15.918	280	3132	0.01%
5	Comp.5	17.575	9691	95588	0.42%
6	Comp.6	18.318	931	9632	0.04%
7	Comp.7	18.738	918	11361	0.05%
8	Comp.8	19.070	309	3128	0.01%
9	Comp.9	19.580	174	1694	0.0074%
10	Comp.10	19.940	2784	30368	0.13%
11	Comp.11	20.896	235	2869	0.01%
12	Comp.12	21.222	128	1499	0.0066%
13	异噻啉	22.512	1228992	2.2340E+7	98.21%
14	Comp.14	23.556	2383	28987	0.13%
15	Comp.15	24.563	18355	213279	0.94%

实验总结

本文利用 GC-4100 气相色谱仪、氢火焰检测器、毛细管色谱柱 AB-Inowax 建立气相色谱法测定异喹啉纯度的方法。在实验条件的摸索中，对比了填充柱和毛细管色谱柱，发现填充柱的分离效果不如毛细管色谱柱效果好；在确定毛细管色谱柱的条件下，又设计了程序升温 and 恒温，发现恒温即可快速分离，故无需程序升温来缩短分析时间。本方法操作简单、结果准确，可供相关人员参考作为异喹啉纯度检测的方法使用。