

# 高效液相色谱法同时测定工业焦化苯中噻吩和二硫化碳

胡奇志 黎宏彦

(湘潭大学化学系 湘潭 411105)

## 1 前 言

苯是重要的基本化工原料,焦化苯是获取苯的工业生产方法之一<sup>[1]</sup>。噻吩和二硫化碳的含量直接影响焦化苯的质量和用途。焦化苯中噻吩和二硫化碳的测定通常采用显色-光度法测定<sup>[2]</sup>,样品处理和分析过程繁琐、周期长。本文采用高效液相色谱法直接进样分析,同时测定焦化苯中噻吩和二硫化碳,结果令人满意,为工业焦化苯的质量分析提供了一个简单、快速和准确的新方法。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂等

2.1.1 仪器 Shimadzu LC-6A 高效液相色谱仪,柱,Shim-Pack CLC-ODS 150mm×4.6mm i.d., 检测器,SPD-6AV 紫外-可见分光光度检测器,数据处理器,CR-3A,以上均为日本岛津公司产品。

2.1.2 试剂与样品 无水甲醇、噻吩、二硫化碳均为分析纯,高纯水,焦化苯样品为湘潭市云湖桥化工厂初级产品。

### 2.2 测定方法

2.2.1 色谱条件 流动相:甲醇-水(2:1, V/V), 流速:0.9mL/min;检测波长:220nm;灵敏度:噻吩 0.64 AUFS, 二硫化碳 0.02 AUFS;纸速:5mm/min;柱温:室温。

2.2.2 标准溶液 称取 0.9713g 噻吩于 50mL 容量瓶中,称取 0.1270g 二硫化碳于 500mL 容量瓶中,分别用无水甲醇稀释至刻度,配成含噻吩 19.4mg/mL,含二硫化碳 0.25mg/mL 的贮备液。用移液管分别移取噻吩贮备液 3.00mL, 4.00mL, 5.00mL, 6.00mL, 7.00mL;移取二硫化碳贮备液 1.00mL, 2.00mL, 3.00mL, 4.00mL, 5.00mL 于 5 支 50mL 容量瓶中,用无水甲醇稀释至刻度,配成分别含有噻吩和二硫化碳的五份标准溶液。

## 3 结果与讨论

### 3.1 定量校正曲线

用微量进样器取上述系列标准溶液 1 $\mu$ L,在给定的色谱条件下分析作定量校正曲线,每个实验点进样三次。令噻吩和二硫化碳的浓度(mg/100mL)为 Y,峰面积( $\mu$ V·s)为 X,测得回归方程分别为:噻吩:  $Y = 7.02 + 1.75 \times 10^{-5}X$ , 相关系数  $\gamma = 0.9999$ ; 二硫化碳:  $Y = -8.19 \times 10^{-3} + 0.71 \times 10^{-5}X$ , 相关系数  $\gamma = 0.9999$ 。

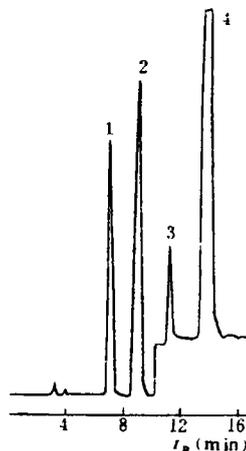


图1 焦化苯样品  
分离色谱图

峰:1. 噻吩, 2. 苯, 3. 二硫化碳, 4. 未知杂质。

### 3.2 样品测定

用微量进样器取 1 $\mu$ L 焦化苯样品在同一色谱条件下分析,样品平行测定 6 次,分析结果见表 1,样品分离色谱图见图 1。

表 1 焦化苯样品分析结果(n = 6)

	测定值(mg/100mL)						平均值	SD	CV
							(mg/100mL)	(%)	(%)
噻吩	180	179	183	181	181	181	1.33	0.7	
二硫化碳	1.92	1.90	1.88	1.90	1.94	1.90	1.91	0.02	1.0

### 3.3 讨论

实验结果表明当甲醇与水的比例为 2:1 (V/V) 时,焦化苯样品中其它组分与噻吩和二硫化碳完全分离,峰形对称且分析时间合适。

根据噻吩和二硫化碳的紫外吸收光谱图(吸收波长范围为 200nm~240nm),考虑到流动相的背景吸收、噻吩和二硫化碳的紫外吸收以及它们对检测

器的响应值,确定检测器的检测波长为 220nm。由于焦化苯样品中噻吩的浓度远大于二硫化碳的浓度,采用程序变更检测灵敏度法实现二硫化碳在较高灵敏度下检测而噻吩在较低灵敏度下检测,在同时测定焦化苯中噻吩和二硫化碳时得到很好的色谱图形和定量结果。

**关键词** 高效液相色谱,噻吩,二硫化碳,焦化苯

### 参考文献

- 1 王兆熊,高晋生等. 焦化产品的精制和应用. 北京:化学工业出版社,1989;7
- 2 上海市化工轻工供应公司,上海化工采购供应站技术室. 化工产品检验方法. 北京:化学工业出版社,1987;842

## Simultaneous Determination of Thiophene and Carbon Disulfide in Industrial Scorched Benzene by High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Hu Qizhi and Li Hongyan

(Department of Chemistry, Xiangtan University, Xiangtan, 411105)

In this paper, a new method of simultaneous determination of thiophene and carbon disulfide in industrial scorched benzene by HPLC is described. The chromatographic conditions are column; Shim-Pack CLC-ODS; mobile phase; methanol-water (2 : 1); detection wave length; 220nm. The advantages of this method are simple, fast and accurate.

**Key words** high performance liquid chromatography, thiophene, carbon disulfide, scorched benzene

### 《色谱》已连续八年入选“CA 千种表” 1993 年在我国入选期刊中名列第九

在美国《化学文摘资料来源索引》季刊(Cheical Abstracts Service Source Index Quarterly)历年公布的“CA 千种表”(即该年度摘引量最大的一千种期刊表)中,《色谱》从 1986 年度起已连续八年入选。在 1993 年度(1992 年 7 月至 1993 年 6 月)我国入选千种表的 45 种期刊中,《色谱》杂志名列第 9 位,其顺序、名称及在千种表中的名次(括号内数字)如下:

1. 高等学校化学学报(94),
2. 分析化学(134),
3. 化学快报(英文版)(238),
4. 科学通报(英文版)(243),
5. 金属学报(380),
6. 化学学报(386),
7. 中国医药工业杂志(452),
8. 药学学报(456),
9. 色谱(469),
10. 应用化学(472),
11. 物理学报(502),
12. 光学学报(560),
13. 化学通报(607),
14. 物理化学学报(639),
15. 化学试剂(653),
16. 中国激光(656),
17. 生物化学杂志(666),
18. 物理快报(英文版)(668),
19. 分析试验室(672),
20. 中草药(679),
21. 冶金分析(689),
22. 理化检验(化学分册)(709),
23. 核技术(711),
24. 北京医科大学学报(720),
25. 中国药理学报(727),
26. 高分子材料科学与工程(729),
27. 金属热处理(745),
28. 中国药理学杂志(757),
29. 高能物理与核物理(781),
30. 中国科学 B 辑(英文版)(793),
31. 兰州大学学报(自然科学版)(804),
32. 有机化学(808),
33. 材料保护(814),
34. 天然气化工(831),
35. 光谱学与光谱分析(840),
36. 钢铁(850),
37. 中国医院药理学杂志(869),
38. 化学世界(878),
39. 合成橡胶工业(891),
40. 环境科学(899),
41. 高校化学研究(英文版)(924),
42. 中国化学会会志(台湾)(929),
43. 无机化学学报(937),
44. 植物学报(938),
45. 半导体学报(973)。

《色谱》八年来在“AC 千种表”中名次(括号内数字)变化情况如下:1986(626),1987(564),1988(525),1989(693),1990(574),1991(500),1992(852),1993(469)。