

硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体的高效液相色谱法分析

梁奕昌 义志忠 蔡志虹* 朱广一

(广东工业大学分析测试中心 广州 510090)

提 要 采用 Kromasil C₁₈ 柱同时分离了硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体。在选定的色谱条件下,硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体得到了良好分离。

关键词 高效液相色谱法,异构体,硝基甲苯,硝基苯甲酸

分类号 O658

1 前言

硝基甲苯(NT)与硝基苯甲酸(NBA)异构体均是用于制造染料、医药及合成材料等精细化学品的重要中间体。研究硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体的分离,对合成反应过程的分析及产品纯度分析具有极其重要的意义。

目前,用高效液相色谱法对硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体进行分离的报道仅仅局限于对各自异构体的分离^[1~5],对这两类异构体的同时分离尚未见报道。本文采用 Kromasil C₁₈ 柱对硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体进行了分离与分析。

2 实验部分

2.1 主要仪器

日本岛津公司的 LC-6A 液相色谱仪,包括 SCL-6A 系统控制器、SPD-6AV 可调波长紫外-可见分光光度检测器、CTO-6A 色谱柱箱、LC-6A 溶剂输送泵以及 C-R3A 数据处理机。

2.2 试剂

甲醇、四氢呋喃、醋酸均为分析纯,邻硝基甲苯、间硝基甲苯、对硝基甲苯、邻硝基苯甲酸、间硝基苯甲酸、对硝基苯甲酸均为化学纯。

2.3 色谱条件

色谱柱:Kromasil C₁₈ 柱(200 mm × 4.6 mm i. d.);流动相:V(甲醇):V(水):V(四氢呋喃)=55:44:1,β-环糊精的浓度为 0.02 mol/L, pH 3.0;柱温 35 °C;检测器波长 254 nm, 0.04AUFS;流速为 2.0 mL/min(前 4 min)和 2.6 mL/min(后 6 min)。

2.4 测定方法

于 10 mL 容量瓶中依次加入邻硝基甲苯、间硝基甲苯、对硝基甲苯、邻硝基苯甲酸、间硝基苯甲酸、对硝基苯甲酸各 5 mg,用甲酸溶解定容后进行 10 μL 分析。

3 结果与分析

(1)硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体在上述实验条件下分离的色谱图如图 1 所示。

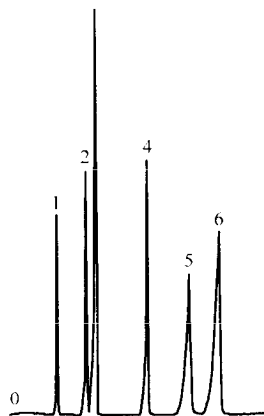


图 1 硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体的色谱图

Fig. 1 Chromatogram of isomers of NT and NBA

1. 邻硝基苯甲酸(*o*-nitrobenzoic acid)(2.167 min); 2. 间硝基苯甲酸(*m*-nitrobenzoic acid)(3.537 min); 3. 对硝基苯甲酸(*p*-nitrobenzoic acid)(4.010 min); 4. 邻硝基甲苯(*o*-nitrotoluene)(6.658 min); 5. 对硝基甲苯(*p*-nitrotoluene)(8.077 min); 6. 间硝基甲苯(*m*-nitrotoluene)(9.437 min)。

(2)硝基甲苯与硝基苯甲酸在 0.1~1.0 g/L 范围内呈良好的线性关系。各组分的线性回归方程及

* 广州有色金属研究院分析室
本文收稿日期:1998-05-21,修回日期:1998-07-13

相关系数见表 1。

表 1 各组分的回归方程及相关系数

Table 1 Regression equation and relating coefficient of isomers of nitrotoluene and nitrobenzoic acid

组 分 Component	回归方程 Regression equation	相关系数 Relating coefficient
邻硝基甲苯 <i>o</i> -Nitrotoluene	$Y=54856X+1683$	0.9987
间硝基甲苯 <i>m</i> -Nitrotoluene	$Y=41538X+1283$	0.9983
对硝基甲苯 <i>p</i> -Nitrotoluene	$Y=33475X+1154$	0.9948
邻硝基甲酸 <i>o</i> -Nitrobenzoic acid	$Y=43983X+1307$	0.9976
间硝基甲酸 <i>m</i> -Nitrobenzoic acid	$Y=89536X+2792$	0.9932
对硝基甲酸 <i>p</i> -Nitrobenzoic acid	$Y=187501X+5148$	0.9915

(3)合成样品的分析,用上述方法测定硝酸氧化 的质量分数,结果见表 2。

对硝基甲苯合成对硝基苯甲酸样品中对硝基苯甲酸

表 2 合成样品中对硝基苯甲酸的质量分数

Table 2 Content of *p*-nitrobenzoic acid in samples $n=4$

样 品 Sample	质量分数(%) Mass fraction(%)				平均值(%) Average(%)	标准偏差 SD	变异系数 CV(%)
1	88.5,	87.4,	87.9,	88.1	88.1	0.59	0.67
2	92.3,	93.1,	92.0,	92.7	92.5	0.48	0.52

4 结 语

上述结果表明,我们所选择的色谱条件能同时分离硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体,分析时间短,结果准确,流动相中加入 β -CD(20 mol/L),对异构体的分离有一定意义,Kromasil C₁₈柱保持良好。

参 考 文 献

1 Ching Hsinglin, Mei Huiyang, Jyh Chiangjiang. J

Chromatogr Sci, 1989,27(11):665-671

2 Armstrong D W, Demond W. J Chromatogr Sci,1984, 22:411-415

3 Kawaguchi Y, Tanaka M, Nakae M et al. Anal Chem, 1983,55:1852-1857

4 Tanaka M, Ideda H, Shono T. J Chromatogr,1987, 398:165-173

5 Fujimura K, Kitagawa M, Takayanagi Hi et al. J Chromatogr, 1985,350(2):371-380

Analysis of HPLC of Isomers of Nitrotoluene and Nitrobenzoic Acid

Liang Yichang, Yi Zhizhong, Cai Zhihong and Zhu Guangyi

(Centre of Analysis & Testing, Guangdong University of Technology,Guangzhou, 510090)

Abstract Nitrotoluene and nitrobenzoic acid isomers were separated completely in less than 10 minutes by Kromasil C₁₈(200 mm×4.6 mm i. d.), when $V(\text{CH}_3\text{OH}) : V(\text{H}_2\text{O}) : V(\text{THF}) = 55 : 44 : 1$ with β -CD of 0.02 mol/L at flow rate of 2.0 mL/min (former 4 min) and 2.6 mL/min(later 6 min). Detector of UV-254 at 0.04 AUFS was used.

Key words high performance liquid chromatography, isomer, nitrotoluene, nitrobenzoic acid