

# 反相高效液相色谱法测定糠酸和糠醇

姜聚慧, 石起增, 陈华军

(河南师范大学化学与环境科学学院 河南省环境污染控制重点实验室, 河南 新乡 453007)

关键词: 反相高效液相色谱法; 糠酸; 糠醇; 糠醛

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-8713(2005)01-0110-01

糠醛、糠酸、糠醇是重要的有机化工原料,糠醛(呋喃甲醛)化学性质活泼,经深加工可以制取糠醇(呋喃甲醇)、糠酸(呋喃甲酸)和呋喃等。以糠醛为原料制备糠酸时,在强碱性介质和催化剂存在下,糠醛经空气氧化、硫酸酸化可制得糠酸,但在反应中有大量副产品糠醇产生<sup>[1]</sup>。因此反应液及产品中糠酸、糠醇和糠醛含量的准确测定,对于优化反应条件、监控生产过程、保障产品质量至关重要。本文采用反相高效液相色谱法(RP-HPLC)同时分离测定了糠酸、糠醇和糠醛,方法简便快速,灵敏度高,定量准确。

## 1 实验部分

(1)仪器和试剂:HP 1100 高效液相色谱系统(包括在线真空脱气机、四元泵、二极管阵列检测器、自动进样器以及液相色谱系统 HP 化学工作站)。UV 3000 紫外-可见分光光度计(日本岛津),pHS-3C 型数字式精密酸度计。甲醇为 HPLC 专用试剂;其他试剂均为分析纯;实验用水为超纯水。

(2)色谱条件:色谱柱为 Alltima C<sub>18</sub>(250 mm × 4.6 mm i. d., 5 μm);流动相为甲醇-水(用稀硫酸调至 pH 4.0)(体积比为 20:80);流速 1.0 mL/min;检测波长 220 nm;柱温为室温;进样量 10 μL。

(3)标准溶液配制:精确称取糠酸、糠醇、糠醛标准品各 50 mg,分别用流动相溶解并定容至 50 mL,得 1 g/L 的标准储备液,于 4 °C 下保存。

(4)样品处理:准确称取糠酸产品,用流动相溶解并稀释到所需浓度。准确量取一定量反应液,用稀硫酸酸化至 pH 4.0,再用流动相定容,稀释至所需浓度。样品经 0.45 μm 滤膜过滤后进样。

## 2 结果与讨论

在最佳实验条件下,混合标准溶液中 3 种组分在 10 min 内完全分离,其色谱图见图 1。

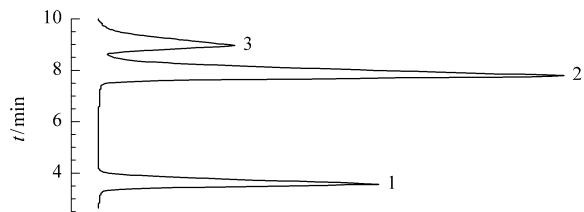


图 1 混合标样的色谱分离图  
1. 糠酸; 2. 糠醇; 3. 糠醛。

### 2.1 检测波长的选择

用紫外-可见分光光度计测得糠酸、糠醇、糠醛的最大吸收波长分别为 242、218 和 274 nm。在 274 nm 处,糠酸、糠

醇吸收很小,在 220 nm 处,糠酸、糠醛有较大吸收。在反应液中,糠醛几乎反应完全,不含糠醇,因而本实验主要是测糠酸和糠醇,故本实验选择 220 nm 作为检测波长。

### 2.2 流动相的选择

经过试验,选甲醇-水体系为流动相可达到分离目的。流动相流速定为 1.0 mL/min 时,改变流动相中甲醇比例时发现,随着甲醇比例的提高,各组分的保留时间均缩短。当甲醇体积分数大于 30% 时,色谱峰不能完全分离;而小于 10% 时,出峰时间太长,且峰形不好;当甲醇体积分数为 20% 时,出峰时间较理想,且分离完全。

用稀硫酸调节流动相的 pH 值,考察糠酸、糠醇和糠醛 3 种组分在 pH 为 2.5 ~ 7.0 时的分离情况。pH < 3.0 时,糠醛与糠酸的峰部分重叠;pH 为 5.0 时,糠醇与糠醛峰部分重叠;pH 为 6.0 ~ 7.0 时,峰分离较好,但柱效低,峰形不好,保留时间长。而 pH 为 3.5 ~ 4.5 时,3 种组分能完全分离,峰形对称性好。本文选用 pH 4.0。

### 2.3 标准曲线与线性范围

分别取适量的各组分储备液,以流动相为溶剂,配制不同质量浓度的系列标准溶液,按上述色谱条件依次分析各标准液。以质量浓度 C (mg/L) 为横坐标,峰面积 A 为纵坐标进行线性回归,结果表明各组分线性关系良好。糠酸、糠醇、糠醛线性范围分别为 0.06 ~ 200, 0.06 ~ 100, 0.06 ~ 200 mg/L,相关系数均大于 0.999 8,检出限(S/N = 3)分别为 0.012, 0.010, 0.310 mg/L。

### 2.4 精密度和回收率试验

应用本法对同一样品平行测定 6 次,计算得出糠酸、糠醇和糠醛测定结果的相对标准偏差(RSD)分别为 0.28%, 0.10% 和 0.82%。用标准加入法进行回收率试验,回收率为 97.8% ~ 100.8%。

### 2.5 样品分析

采用本法对以糠醛为原料,经催化氧化制取的糠酸产品进行分析,产品中糠酸含量为 99.3%。为了在生产中能随时掌握反应进行的程度,优化反应条件,控制转化率,提高糠酸收率,还对糠醛氧化反应后溶液(尚未进行酸化处理)进行测定,测得其中糠酸和糠醇的质量浓度分别为 163.96 和 59.78 mg/L;它们在酸化液中质量浓度分别为 32.22 和 29.19 mg/L,在脱色液中的质量浓度分别为 22.52 和 1.66 mg/L。本方法可用于糠酸工业制备过程的分析监测。

## 参考文献:

[1] 沈静茹,雷灼霖,陆俭洁,丁志刚. 化学研究与应用,1998, 10(5): 543