



液晶中间体对-烷基苯甲酸的高效液相色谱测定

杨建明 吕 剑* 安忠维 甘云清 吴 阳

(西安近代化学研究所, 西安 710065)

1 引 言

对-烷基苯甲酸在精细化工行业中有着广泛的用途, 尤其作为液晶材料的中间体, 对其分析测定的灵敏度和准确度显得尤为重要。气相色谱(GC)测定有机酸时, 常因沸点较高, 不易汽化需要对其衍生化再进行测定。由于有机酸反应不易定量进行, 而直接影响测定结果的准确性。高效液相色谱测定有机酸比 GC 法简便, 在测定芳香族羧酸和多元酸更是如此。对烷基苯甲酸一端为烷基, 一端为羧基, 考虑其分子极性的特点, 因而采用高效液相色谱(HPLC)测定。

对于同系物而言, 由于化合物结构上的相似, 其色谱保留值呈现出一定的规律性, 可以依此进行定性分析。有人用 GC 法测定对烷基酚同系物时, 发现色谱保留值(t_R)同碳原子个数(C_n)间有一定的函数关系, $\log t_R(\text{rel}) = f(C_n)$, 为未知同系物的定性分析提供了依据。Nabivach 也发现了同样的规律, 得到的回归方程可以预测同系物的保留值。用 HPLC 方法测定侧链较长的对烷基苯甲酸尚未见报道。本文测定了几种对-烷基苯甲酸液相色谱含量, 得到了色谱保留值与烷基碳原子个数的恰当函数关系。该函数对于未知芳香羧酸的定性分析及色谱保留值的预测方便、快捷。

2 实验部分

2.1 仪器及试剂 SY-5000 型液相色谱仪(北京分析仪器厂), 带有变波长紫外分光检测器。甲醇、乙酸、苯甲酸均为分析纯, 水为二次蒸馏水。对-戊基、甲基苯甲酸本实验室合成, 其它同系物为浙江兴化晶化电子材料厂生产。

2.2 色谱条件 色谱柱填充 10 μm , WGYC18 固定相, 内径 4.6 mm, 长 25 cm。甲醇:水:乙酸比例为 80:20:0.4 作流动相, 流量 1 mL/min。温度 25℃。

3 结果与讨论

通过对测定条件的选择, 选定测定波长在 254 nm, 在甲醇:水为 80:20 流动相时, 流量 1 mL/min, 测得结果如表 1 所示。为了防止对-烷基苯甲酸在洗脱过程发生解离而出现拖尾, 流动相中加入少量乙酸。为了能找到色谱保留值与该同系物结构间的关系, 以便通过经验公式计算未知同系物的色谱保留值, 对其进行定性分析。对烷基苯甲酸同系物的色谱保留值及纯度分析结果见表 1。从表 1 结果发现: 以保留值对数 $\lg t_R$ 对烷基碳原子个数 C_n 经计算机模拟后得到的函数关系:

$$\ln t_R = 1.398 + 0.084 \times C_n + 0.02 \times C_n^2 \quad (1)$$

该公式进行误差分析, 其标准偏差 SD 为 0.632% ($n=5$), 平方回归系数 R 大于 0.9999。

通过方程(1)来计算对-甲基、戊基苯甲酸的色谱保留值, 与相同条件下测定分析结果进行比较。对-甲基苯甲酸的色谱保留值预测值和测定值分别为 4.49 和 4.53, 而对-戊基苯甲酸的预测值和测定值分别为 10.16 和 10.19。结果显示, 对-甲基、戊基苯甲酸通过该回归函数的预测保留值同测定分析结果吻合得很好, 因此, 可通过该经验公式快速、准确地预测出相同条件下未知同系物的色谱保留值, 对于香族羧酸的定性分析具有很重要的意义。

表 1 对-烷基苯甲酸同系物的色谱保留值及纯度分析

Table 1 The respective retention values and purities of alkylbenzoic acids

对-烷基苯甲酸 Alkylbenzoic acids	t_R	$\ln t_R$	纯度(%) Purity	对-烷基苯甲酸 Alkylbenzoic acids	t_R	$\ln t_R$	纯度(%) Purity
苯甲酸 Benzoic acid	4.06	1.40	99.5	丁基苯甲酸 Butylbenzoic acid	7.18	2.06	99.5
乙基苯甲酸 Ethylbenzoic acid	5.18	1.64	99.6	己基苯甲酸 Hexylbenzoic acid	13.77	2.62	99.6
丙基苯甲酸 Propylbenzoic acid	6.28	1.83	99.7				