

苯甲酸及其硝化产物 分析报告

——山东省新征程工业科技有限公司

一、检测方法：

参考客户提供方法。

二、客户要求：

对苯甲酸的硝化产物进行分离及含量测定。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，面积归一法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 水：纯净水

4.1.3 磷酸：HPLC 专用

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器）

4.2.2 分析天平：感量 0.0001 g

4.2.3 微孔滤膜：0.45 μm

五、样品的制备

分别称取苯甲酸及其硝化产物 0.01 g，用流动相溶解并定容至 10 mL，取上述溶液 1 mL 于 10mL 容量瓶中，用流动相定容至刻度，摇匀。用微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

六、仪器条件

a) 色谱柱：Sunniest C18，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm

b) 流动相：乙腈：磷酸水溶液（pH=2.3 左右）=35：65

c) 流速：1.0 mL/min

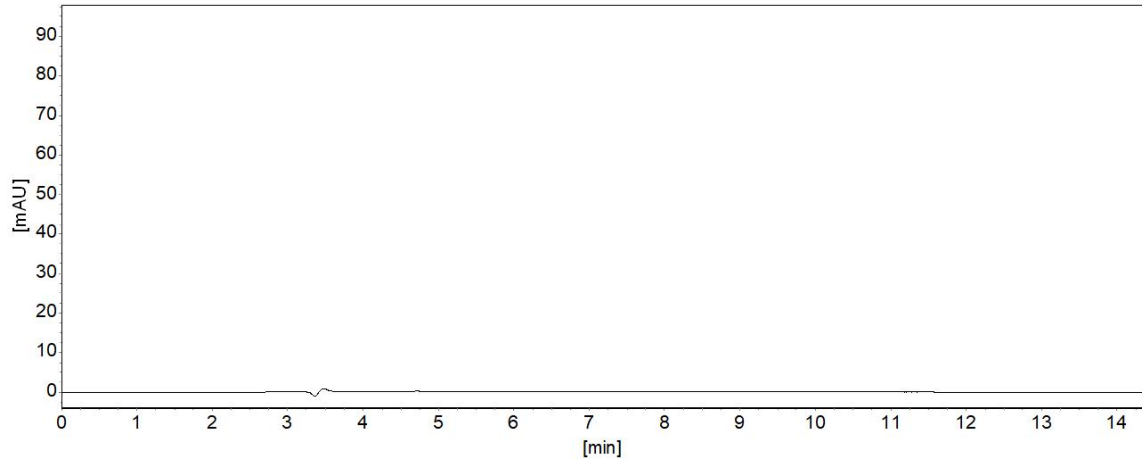
d) 检测器：UV 254 nm

e) 柱温: 30 °C

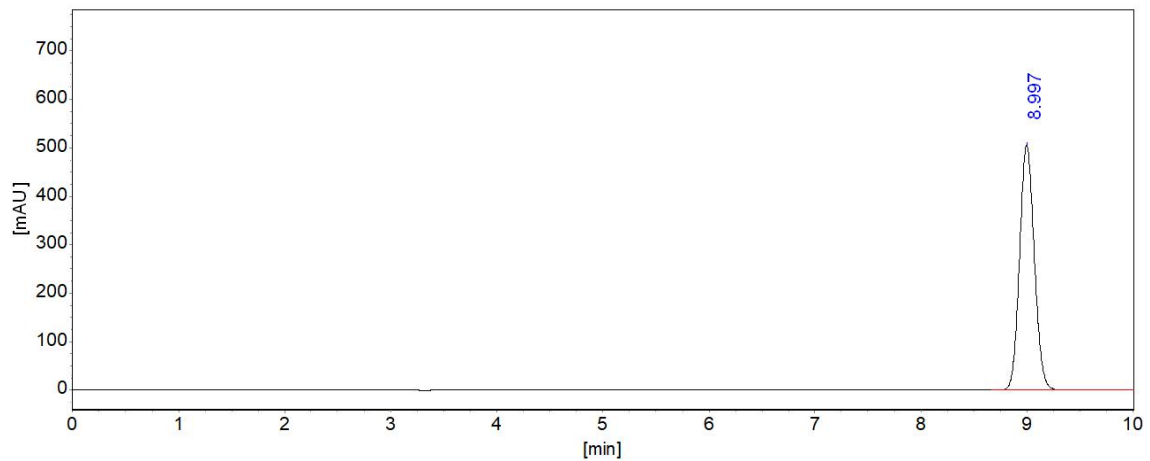
f) 进样量: 10 μL

七、分析结果

7.1 空白溶液谱图



7.2 苯甲酸样品谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]	峰型
1		8.997	505306.9	4885023.4	100.0000	100.0000	BB
总计:			505306.9	4885023.4	100.0000	100.0000	

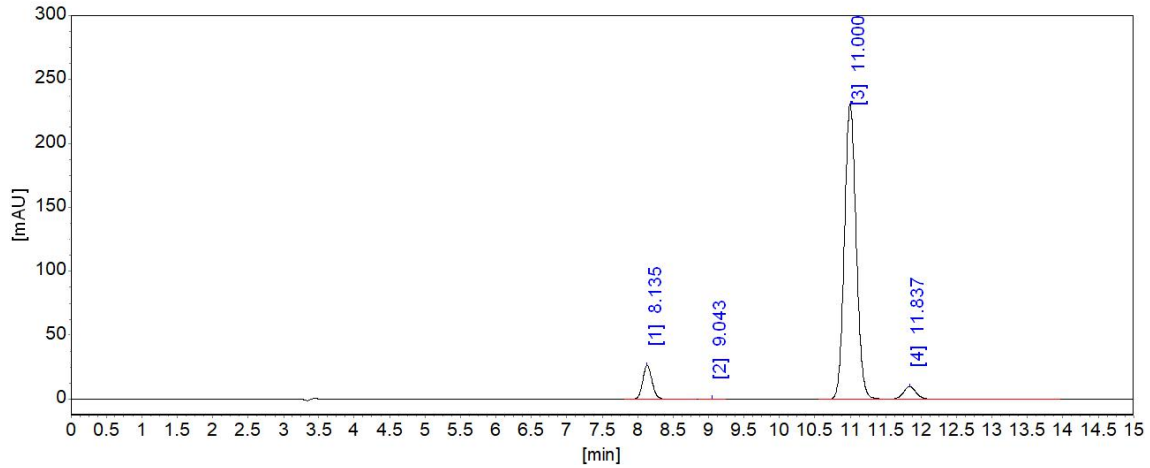
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		8.997	0.14945	0.0000	20080	0	80321	0	0.000	1.094

7.3 苯甲酸硝化产物样品谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]
1		8.135	26508.9	241866.2	7.9817	7.9817
2		9.043	64.7	603.5	0.0199	0.0199
3		11.000	230830.4	2660595.7	87.8007	87.8007
4		11.837	9653.2	127201.3	4.1977	4.1977
总计:			267057.2	3030266.7	100.0000	100.0000

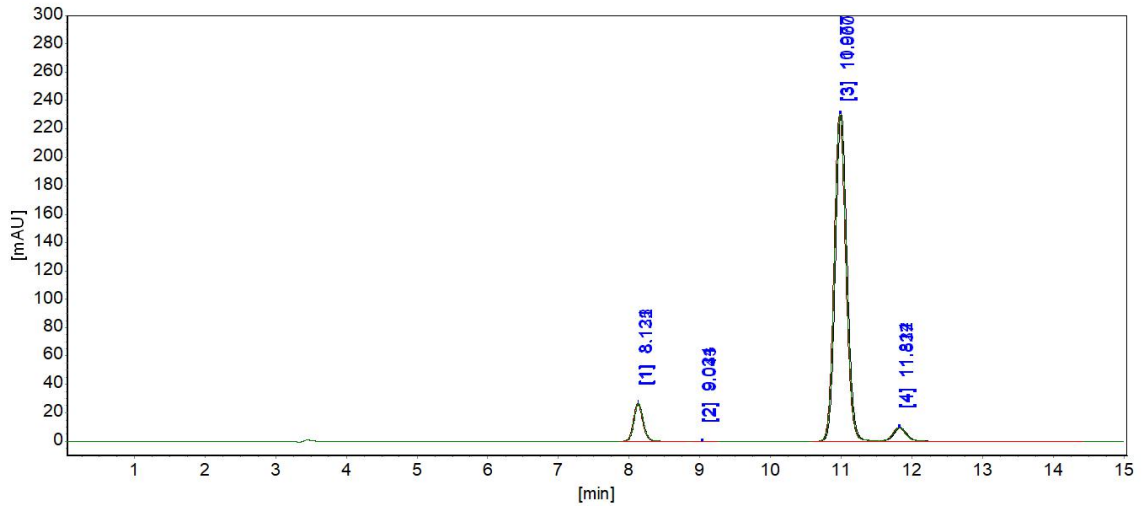
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		8.135	0.13911	0.0000	18945	0	75782	0	0.000	1.100
2		9.043	0.14616	0.1117	21207	214	84828	856	3.757	1.033
3		11.000	0.17776	0.3521	21214	1439	84854	5755	7.127	1.085
4		11.837	0.19394	0.4551	20638	2019	82551	8074	2.658	1.057

7.4 苯甲酸硝化产物样品 3 针重复性谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]	含量 平均值 [%]	含量 RSD [%]
1		8.129	241765.2	0.064	26518.7	0.055	7.977	0.053
2		9.033	574.8	4.425	63.3	1.999	0.019	4.433
3		10.988	2660769.7	0.027	230851.1	0.091	87.792	0.011
4		11.824	127644.7	0.335	9665.4	0.124	4.212	0.308

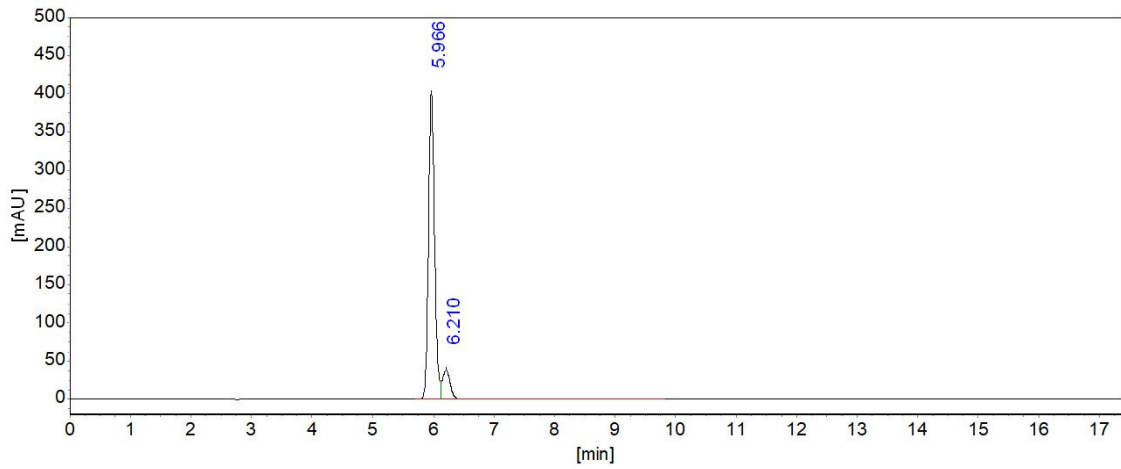
说明：

(1) 苯甲酸硝化产物的 pKa 值较小，为了防止样品离子化，磷酸水溶液的 pH 要比 pKa 值小，因此将水溶液 pH 调制 2.3-3.0 左右；

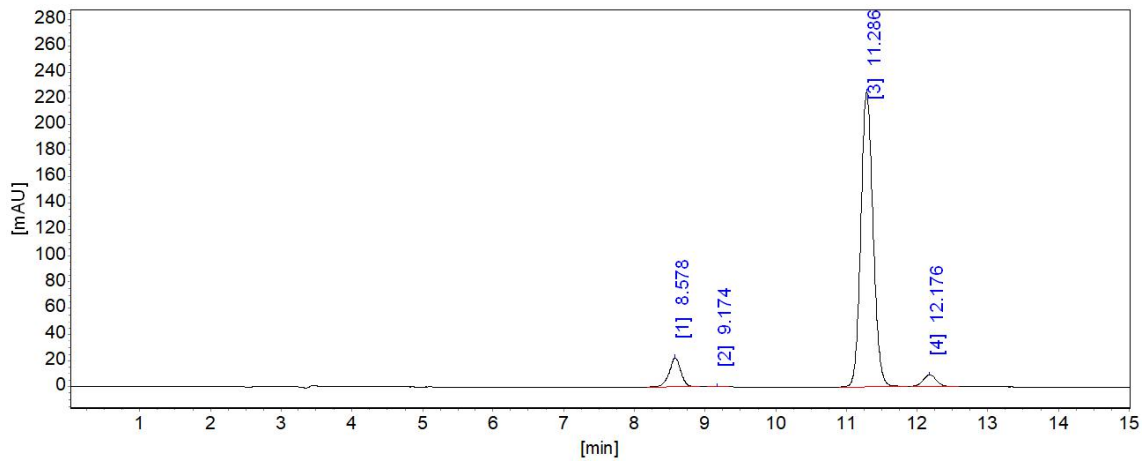
(2) 当有机相比例较高时，硝化产物的同分异构体不能完全分开，因此降低有机相比例，提高磷酸水溶液比例。

对比结果如下图所示：

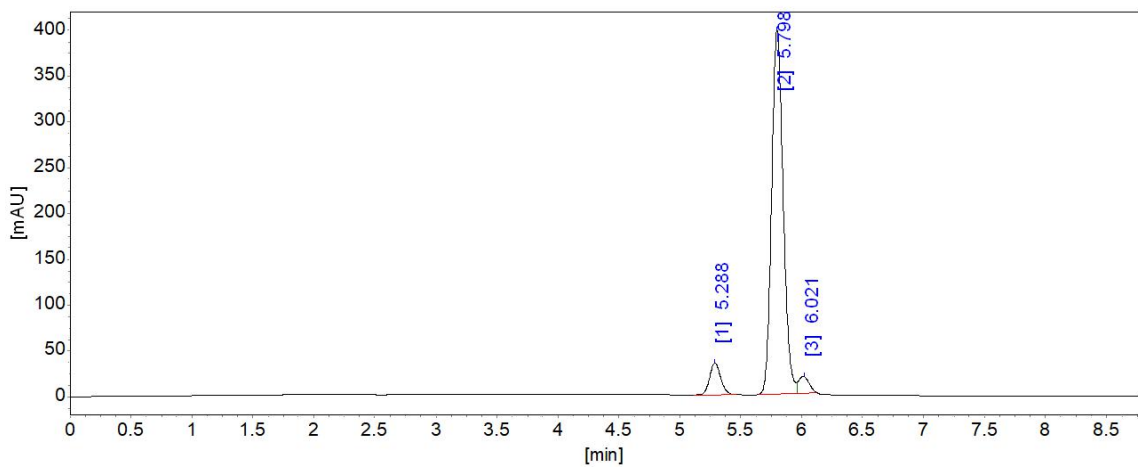
① 乙腈：磷酸水溶液=50：50 磷酸水溶液 pH=3.0



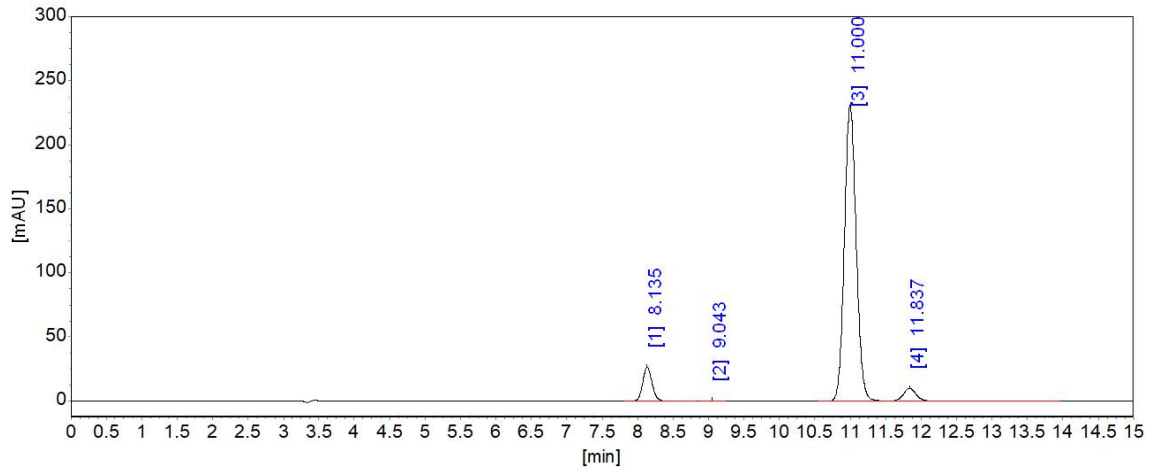
② 乙腈：磷酸水溶液=35：65 磷酸水溶液 pH=3.0



③ 乙腈：磷酸水溶液=50：50 磷酸水溶液 pH=2.3



④ 乙腈：磷酸水溶液=35：65 磷酸水溶液 pH=2.3



以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。