

硝基苯甲酸同分异构体分析及其在废水预处理中的应用

冯长生^{1,2}, 熊健西^{1,2}, 张政^{1,2}, 蒋彩云^{3,4}, 王玉萍^{1,2}

(1. 南京师范大学化学与材料科学学院, 江苏 南京 210023)

(2. 南京师范大学江苏省物质循环与污染控制重点实验室, 江苏 南京 210023)

(3. 江苏经贸职业技术学院工程技术系, 江苏 南京 210007)

(4. 江苏经贸职业技术学院江苏省食品安全工程技术研发中心, 江苏 南京 210007)

[摘要] 间硝基苯甲酸生产及精制过程中会产生大量高浓度硝基苯甲酸同分异构体废水。为了选择和优化废水预处理的工艺条件, 需要分离和检测样品中的各种硝基苯甲酸。本研究建立一种采用高效液相色谱分离检测硝基苯甲酸同分异构体的方法, 使用 XDB-C18 色谱柱, 以甲醇-乙酸溶液 (pH=3.0) (体积比为 35:65) 为流动相, 紫外检测波长为 267 nm, 考察了流动相组成、体积比、pH 值及流速等对硝基苯甲酸同分异构体分离度的影响。结果表明: 邻、间、对硝基苯甲酸分别在 12.14~194.0 mg/L、13.78~220.4 mg/L、6.450~103.2 mg/L 范围内线性关系良好, 相关性系数 R^2 均大于 0.999 5, 相对标准偏差均小于 1.04%。利用该方法能够为间硝基苯甲酸精制废水预处理过程提供分析。

[关键词] 硝基苯甲酸, 同分异构体, 高效液相色谱, 定量分析, 废水

[中图分类号] O661.1 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1672-1292(2020)01-0049-08

Analysis of Nitrobenzoic Acid Isomers and Its Application in Wastewater Pretreatment

Feng Changsheng^{1,2}, Xiong Jianxi^{1,2}, Zhang Zheng^{1,2}, Jiang Caiyun^{3,4}, Wang Yuping^{1,2}

(1. School of Chemistry and Materials Science, Nanjing Normal University, Nanjing 210023, China)

(2. Jiangsu Provincial Key Laboratory of Materials Cycling and Pollution Control, Nanjing Normal University, Nanjing 210023, China)

(3. Department of Engineering and Technology, Jiangsu Institute of Commerce, Nanjing 210007, China)

(4. Jiangsu Engineering and Research Center of Food Safety, Jiangsu Institute of Commerce, Nanjing 210007, China)

Abstract: The production and refining of *m*-nitrobenzoic acid will produce a large amount of wastewater with high concentration of nitrobenzoic acid isomers. In order to select and optimize the technological conditions for wastewater pretreatment, it is necessary to separate and detect various nitrobenzoic acids in samples. In this study, a method for the separation and detection of nitrobenzoic acid isomers by high performance liquid chromatography is established. XDB-C18 column is used, methanol-water (pH=3.0) (volume ratio 35:65) is used as mobile phase, and the ultraviolet detection wavelength is 267 nm. Effects of composition and volume ratio, pH value and flow rate of mobile phase on the separation degree of nitrobenzoic acid isomers are investigated. The results show that the linear relationship among *o*-, *m*-, *p*-nitrobenzoic acid is good in the range of 12.14–194.0 mg/L, 13.78–220.40 mg/L and 6.45–103.20 mg/L, respectively. The correlation coefficient R^2 is greater than 0.999 5, and the relative standard deviation is less than 1.04%. The analytical method can be used to provide an analysis for the pretreatment of refined wastewater of *m*-nitrobenzoic acid.

Key words: nitrobenzoic acid, isomer, high performance liquid chromatography, quantitative analysis, wastewater

硝基苯甲酸(NBA)是一种重要的有机合成中间体,其中间硝基苯甲酸的生产主要是以苯甲酸为原料,通过浓硫酸与硝酸硝化制得^[1]。间硝基苯甲酸广泛应用于染料^[2]、医药中间体^[3]、农药^[4]、功能色素^[5]

收稿日期:2019-01-22.

基金项目:国家自然科学基金项目(51578295)、江苏省自然科学基金项目(BK20161479)、江苏省高校自然科学研究项目(16KJB150043).

通讯作者:王玉萍,博士,教授,博士生导师,研究方向:纳米半导体光催化材料及其在环境中的应用. E-mail:wangyuping@njnu.edu.cn

及感光材料^[6]等行业中,但其精制过程会产生大量的强碱性废水,且废水的颜色深、有机物浓度高、毒性大;废水中除了邻、间、对硝基苯甲酸外,还有硝基苯和大量的无机盐,是难处理的废水之一^[7]。为了研究和考察该废水处理方案,快速准确地测定废水中硝基苯甲酸异构体的含量是关键。目前文献报道的芳香族硝基化合物的分离定量方法有毛细管电泳-紫外法^[8]、气相色谱法^[9]、毛细管柱-气相色谱法^[10-11]、固相萃取-气相色谱法^[12]、固相萃取-高效液相色谱法^[13]、薄层色谱法^[14]、紫外分光光度法^[15],以及化学检测方法中的还原-偶氮光度法^[16]、库伦滴定法^[17]等。对于成分复杂的废水,上述测定方法有一定局限性。碱直接滴定法无法排除样品中其他酸的干扰,且不能对硝基苯甲酸各种异构体分别定量。硝基苯甲酸同分异构体的结构相近,紫外分光光度法需要将混合样品进行分离并单独分析,方法繁琐,同时废水中存在其他含苯环的原料和杂质干扰,易造成测量误差。高效液相色谱法对于同分异构体的分离和分析具有一定的优势^[18]。Sreenivasulu 等^[19]建立了反相高效液相色谱法对活性药物成分中几何异构体及其他相关物质的定量测定方法,证明了该方法在降解产物分析方面的适用性。Seki 等^[20]用反相色谱柱层析及反相高效液相色谱成功分离对苯二甲酸、对羟基苯甲酸、间苯二甲酸、邻苯二甲酸、3-羟基-4-硝基苯甲酸、4-羟基-3-硝基苯酚、1,4,5-萘三羧酸等几种酸性物质,验证了反相高效液相色谱法可从提取物中分离出新的血管扩张剂化合物。利用高效液相色谱法可以分离测定硝基苯类物质^[21]和硝基苯甲酸异构体,如仲鑫等^[22]建立了基于双层固相萃取-超高效液相色谱法测定水中苯环类有机酸的检测方法;梁奕昌等^[23]以甲醇、四氢呋喃、 β -环糊精为流动相体系对硝基苯和硝基苯甲酸异构体进行分离。间硝基苯甲酸与对硝基苯甲酸性质相近,尤其当两者含量相近时,是高效液相色谱方法难分离的物质对。为了更好地探索间硝基苯甲酸精制废水的预处理技术,需要进一步研究间硝基苯甲酸与对硝基苯甲酸的分离条件和影响因素。

本文基于国内某企业间硝基苯甲酸精制废水的特点,建立了高效液相色谱法分离和测定 3 种硝基苯甲酸同分异构体的方法,考察了流动相的组成、pH 值、体积比、流速等对硝基苯甲酸异构体分离和检测的影响。利用所建立的方法,对邻硝基苯甲酸和对硝基苯甲酸的回收实验进行控制分析,结果表明本文所建立的间硝基苯甲酸工艺精制废水测定方法快速、灵敏、准确可信,为间硝基苯甲酸精制废水的预处理及探讨该类废水资源化水处理技术打下基础。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

高效液相色谱仪:Agilent 1200 型液相色谱系统,配 VWD 检测器(美国 Agilent 公司);色谱柱:Agilent Eclipse XDB-C18(150 mm \times 4.6 mm,5 μ m);紫外分光光度计:岛津 UV-2550(日本岛津公司);过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;酸度 pH 计:sartoriusPB-21Milli-Q(德国赛多利斯公司);超纯水机:SAGA-10TY(南京易普易达有限公司);超声清洗器:KQ-300DE 型数控超声清洗器(昆山市超声仪器有限公司);电子分析天平:奥豪斯 OHAUS(精度 0.1 mg)。

1.1.2 试剂

甲醇:色谱纯;乙酸:分析纯;超纯水:0.45 μ m 微孔滤膜过滤;标准样品:邻硝基苯甲酸(*o*-NBA)(纯度 91.8% \pm 1.0%)、间硝基苯甲酸(*m*-NBA)(纯度 99.5% \pm 1.0%)、对硝基苯甲酸(*p*-NBA)(纯度 99.5% \pm 1.0%)(购自美国卡托研究化学公司)。

1.2 液相色谱分析条件

流动相:甲醇-乙酸溶液(pH 为 3.0)体积比 35:65;流速:1.0 mL/min;柱温:30 $^{\circ}$ C;检测波长:267 nm;进样体积:20 μ L。

1.3 标准样品溶液的配制

分别精确称量 *o*-NBA、*m*-NBA 和 *p*-NBA 标准样品 0.052 8 g、0.055 4 g、0.025 9 g,用流动相溶解并超声 10 min,冷却至室温,定容至 100 mL 容量瓶中制成储备液。配制的 *o*-NBA、*m*-NBA 和 *p*-NBA 储备液浓度分别为 485.5 mg/L、551.0 mg/L 和 258.0 mg/L。从以上 3 种储备液中各分别取 0.25、0.5、1.0、2.0、4.0 mL 置于 10 mL 容量瓶中,用流动相定容,配制成 5 个不同浓度的混合标准样品,浓度如表 1 所示。

图 1 为 3 号标准混合样品在本文确定的色谱条件下的色谱图。

表 1 邻、间、对硝基苯甲酸混合标准样品浓度
Table 1 Concentrations of mixed standard samples
of *o*-, *m*-, *p*-nitrobenzoic acid

编号	样品浓度/(mg/L)		
	<i>o</i> -NBA	<i>m</i> -NBA	<i>p</i> -NBA
1	12.14	13.78	6.450
2	24.27	27.55	12.900
3	48.55	55.10	25.800
4	97.10	110.20	51.600
5	194.20	220.40	103.200

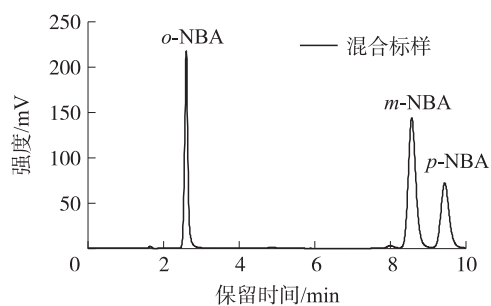


图 1 硝基苯甲酸混合标准样品的色谱图

Fig. 1 Chromatographic charts of nitrobenzoic acid mixed standard samples

2 结果与讨论

2.1 分析测试条件的选择

2.1.1 检测波长的选择

采用紫外可见分光光度法分别对 3 种浓度纯硝基苯甲酸标准样品溶液进行扫描,实验结果如图 2 所示.从图 2 可知,3 种硝基苯甲酸异构体最大吸收波长均在 267 nm 左右,故选择 267 nm 为液相色谱的检测波长.

2.1.2 流动相的选择

以表 1 中的 3 号混合标样为目标物,考察乙腈-磷酸二氢钠溶液、乙腈-乙酸溶液、甲醇-磷酸二氢钠溶液和甲醇-乙酸溶液 4 种流动相对 3 种异构体的分离效果的影响.实验中流动相体积比均为 35:65,流动相的 pH 均为 3.0,流速为 1 mL/min,实验结果如图 3 所示.根据 *m*-NBA、*p*-NBA 保留时间和峰宽计算 *m*-NBA 与 *p*-NBA 分离度 $R_{m-p}^{[24]}$,如表 2 所示.

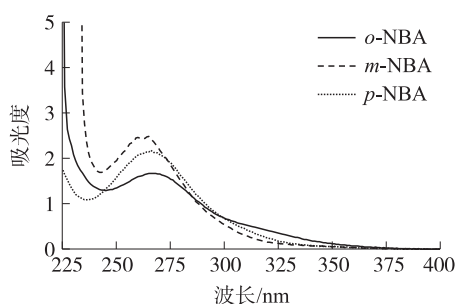


图 2 硝基苯甲酸标准溶液的紫外吸收曲线

Fig. 2 Ultraviolet absorption curves of nitrobenzoic acid standard solutions

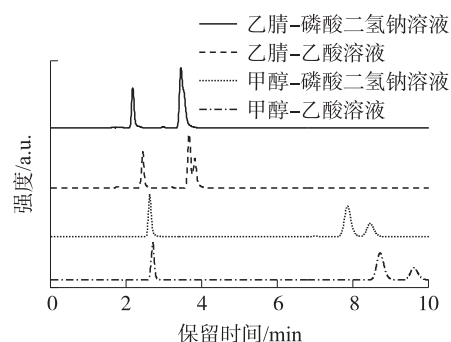


图 3 流动相的组成对硝基苯甲酸异构体色谱峰的影响

Fig. 3 Effect of mobile phase composition on chromatographic peaks of nitrobenzoic acid isomers

表 2 流动相组成对保留时间与分离度的影响

Table 2 Effect of mobile phase composition on retention time and separation degree

流动相体系	保留时间/min			分离度 R_{m-p}
	<i>o</i> -NBA	<i>m</i> -NBA	<i>p</i> -NBA	
乙腈-磷酸二氢钠溶液	2.174	3.447	—	—
乙腈-乙酸溶液	2.440	3.665	3.815	0.910
甲醇-磷酸二氢钠溶液	2.621	7.857	8.456	1.750
甲醇-乙酸溶液	2.705	8.720	9.615	2.380

由图 3、表 2 可知,甲醇体系对于间位和对位硝基苯甲酸的分离效果优于乙腈体系.这可能是由于在反相色谱中流动相甲醇的极性大于乙腈.在相同有机相比例下,乙腈的洗脱附力更强,因而在乙腈体系中,硝基苯甲酸的保留时间较短,分离度差.在甲醇体系中,与磷酸二氢钠缓冲体系相比,乙酸使 *m*-NBA、*p*-NBA 分离度大于 2.这主要是由于被分离样品为有机酸,一定酸度可抑制其解离,增加组分在固定相上的保留时间^[25],提高保留时间的重现性和改善峰形^[26].一般认为,两相邻色谱峰的分离度 R 大于 1.5 时,可满足定量分析的要求^[27].因此,本文选择甲醇-乙酸水溶液为流动相体系.

2.1.3 流动相 pH 值的影响

流动相 pH 值的改变,直接影响到硝基苯甲酸的存在形态及其与固定相的作用. 以表 1 中 3 号混合样品为对象,以甲醇-乙酸溶液为流动相体系,采用不同体积乙酸调节流动相溶液的 pH 值分别为 2.5、3.0、3.5、4.0、4.5,考察流动相的 pH 值对硝基苯甲酸 3 种同分异构体分离的影响. 实验中流动相体积比均为 $V_{\text{有机}}:V_{\text{水}}=35:65$ 、流速为 1 mL/min ,结果如图 4 所示.

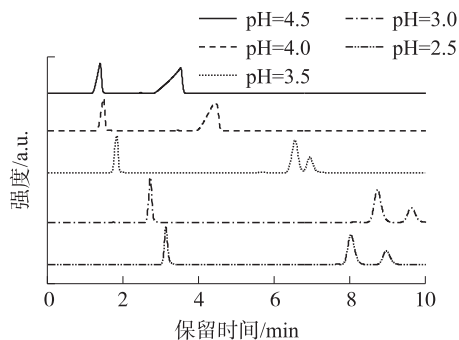


图 4 流动相 pH 值对硝基苯甲酸异构体色谱峰的影响
Fig. 4 Effect of mobile phase pH value on chromatographic peaks of nitrobenzoic acid isomers

据报道,流动相的 pH 值高于或低于被分析物的 pK_a 值时,有助于获得尖锐的峰形,且化合物存在形式单一^[28-29]. 由于邻、间、对硝基苯甲酸酸度系数 pK_a 值分别为 2.16、3.47、3.41,当流动相的 pH 大于其相应 pK_a 时,硝基苯甲酸是以其钠盐的形式存在, m -NBA 和 p -NBA 的 pK_a 值差异较小,流动相 pH 的变化对其存在形式和分离度影响较大. 当流动相 pH 值大于 3.5 时, m -NBA 和 p -NBA 以酸和盐的形式共存,分离均困难;而当流动相 pH 值小于 3.5 时, m -NBA 和 p -NBA 以分子状态存在,有利于改善峰形和分离度. 从图 4 可见,当流动相 pH 值大于 3.5 时, m -NBA 和 p -NBA 不能分离;当流动相 pH 值达到 3.0 及以下时 m -NBA 和 p -NBA 的分离可达到分析的要求,分离度大于 1.5.

综合考虑分离度和流动相的 pH 值对色谱柱影响,选择流动相 pH 值为 3.0.

2.1.4 流动相体积比的影响

以表 1 中 3 号混合标准样品为对象,以甲醇-乙酸溶液 ($pH=3.0$) 为流体相,流速为 1 mL/min ,考察流动相中甲醇-乙酸溶液的体积比对硝基苯甲酸同分异构体分离度和分析时间的影响. 根据 m -NBA、 p -NBA 保留时间和峰宽计算其分离度 R_{m-p} ,结果如表 3 所示.

表 3 流动相体积比对保留时间与分离度的影响

Table 3 Effect of volume ratio of mobile phases on retention time and separation degree

$V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙酸溶液}}$	保留时间/min			分离度/ R_{m-p}
	o -NBA	m -NBA	p -NBA	
25:75	3.371	14.16	16.67	2.430
30:70	2.938	11.47	12.64	2.420
35:65	2.602	8.570	9.440	2.310
40:60	2.327	6.473	7.107	1.820
45:55	2.127	5.013	5.462	1.380
50:50	1.958	3.829	4.126	1.040

从表 3 可知,随着流动相中甲醇比例的增大,3 种硝基苯甲酸同分异构体的保留时间及 m -NBA 与 p -NBA 的分离度逐渐减小. 这可能是因为反相色谱中,甲醇对硝基苯甲酸的溶解能力大于水,随着流动相中甲醇比例的增加,流动相对样品的溶解能力增强,使其在色谱柱中的保留时间缩短, m -NBA 和 p -NBA 分离度减小. 当甲醇的体积比大于 40 时, m -NBA 分离度小于 1.5,未能达到分离要求;当甲醇含量不超过 30 时,样品的保留时间较长. 综合考虑分离度和分析时间两方面因素,选择流动相的比例 ($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙酸溶液}}$) 为 35:65.

2.1.5 流动相流速的影响

以表 1 中 3 号混合标准样品为对象,考察流动相的流速对各组分保留时间及 m -NBA 与 p -NBA 分离度的影响,实验中流动相体积比为 $V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙酸溶液}}=35:65$,检测波长为 267 nm ,实验结果如表 4 所示.

由表 4 可知,随着流动相流速的增加,邻、间、对硝基苯甲酸样品保留时间、分离度均减小;当流速大于 1.25 mL/min 时, m -NBA 和 p -NBA 不能完全分离. 综合考虑分析时间和分离度,选择流动相流速定为 1.0 mL/min .

表 4 流动相流速对保留时间与分离度的影响

Table 4 Effect of mobile phase flow rate on retention time and separation degree

流速/(mL/min)	保留时/min			分离度 R_{m-p}
	<i>o</i> -NBA	<i>m</i> -NBA	<i>p</i> -NBA	
0.50	5.291	17.56	19.41	2.810
0.75	3.504	11.38	12.56	2.550
1.00	2.705	8.720	9.615	2.380
1.25	2.076	6.536	7.188	1.920
1.50	2.125	6.389	7.071	1.470

2.1.6 标准曲线及方法的检测限

分别移取不同浓度的 5 个混合标样 20 μL(标样浓度见表 1),按照 1.2 的条件进行分析测定,每个标样分别进样 3 次,得到液相色谱图后积分计算峰面积,根据各个物质的峰面积(*A*)平均值和进样浓度(mg/L)分别作标准曲线.结果表明,在一定范围内浓度与峰面积呈线性关系,3 种硝基苯甲酸的回归方程、线性相关系数及拟合曲线如图 5 所示.

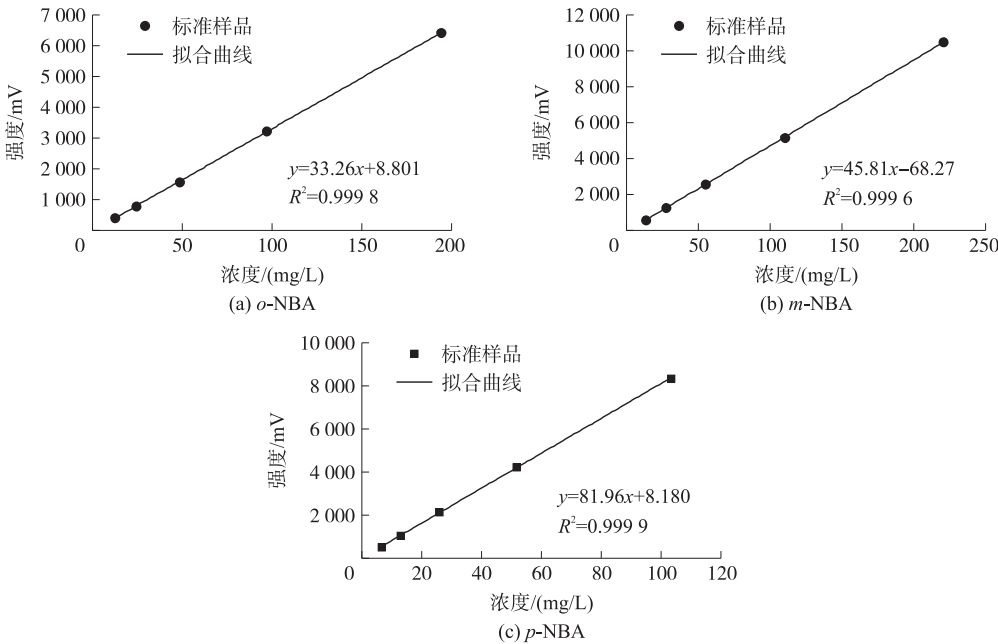


图 5 硝基苯甲酸异构体拟合曲线

Fig. 5 Fitting curves of nitrobenzoic acid isomers

从图 5 可见,邻、间、对硝基苯甲酸分别在 12.14~194.2 mg/L、13.78~220.4 mg/L 和 6.450~103.2 mg/L 范围内线性关系良好(R^2 均大于 0.999 5).

以表 1 中 3 号标准样品为对象,进行 3 次平行测定并计算分析方法的精密度.同时,分别进行逐级稀释,测定各样品的检测限及定量限,结果如表 5 所示.

表 5 硝基苯甲酸标准样品分析的标准偏差和检测限

Table 5 Standard deviation and detection limit for analysis of nitrobenzoic acid standard samples

名称样品	编号	真实值/(mg/L)	测量值/(mg/L)	测量平均值/(mg/L)	相对标准偏差/%	检测限*/(μg/L)	定量限**/(μg/L)
<i>o</i> -NBA	1	48.55	47.99	48.52	0.65	7.850	27.30
	2	48.55	49.00				
	3	48.55	48.57				
<i>m</i> -NBA	1	55.10	54.86	55.33	1.04	6.430	22.26
	2	55.10	55.87				
	3	55.10	55.27				
<i>p</i> -NBA	1	25.80	26.03	25.57	0.94	5.630	21.78
	2	25.80	25.26				
	3	25.80	25.43				

* 检测限:用(S/N)≥3 时为检测限;** 定量限:用(S/N)≥10 为定量限^[30].

从表 5 可以看出,邻、间、对硝基苯甲酸的标准偏差依次为 0.65%、1.04% 和 0.94%;其检测限范围为 5.630~7.850 μg/L;定量限范围为 21.78~27.30 μg/L,符合工业分析的要求.

2.1.7 加标回收率实验

由于废水处理前后各硝基苯甲酸含量范围跨度较大,故选取表 1 中的 2 号和 4 号样品,分别加入浓度为 10 mg/L 和 50 mg/L 的硝基苯甲酸混合标准溶液,按照 1.2 的条件测定样品含量(平行测定 3 次,取平均值),计算回收率,结果如表 6 所示.

表 6 加标回收率实验
Table 6 Recovery rate experiments of standard addition

浓度	标样	浓度/(mg/L)	加标量/(mg/L)	测量值/(mg/L)	加标测量值/(mg/L)	加标回收率/%
混合样浓度 1	<i>o</i> -NBA	24.27	10.00	34.42	10.15	101.50
	<i>m</i> -NBA	27.55	10.00	37.16	9.61	96.09
	<i>p</i> -NBA	12.90	10.00	23.11	10.21	102.10
	<i>o</i> -NBA	24.27	50.00	74.74	50.47	100.90
	<i>m</i> -NBA	27.55	50.00	75.69	48.14	96.27
	<i>p</i> -NBA	12.90	50.00	62.12	49.22	98.43
混合样浓度 2	<i>o</i> -NBA	97.10	10.00	106.80	9.72	97.22
	<i>m</i> -NBA	110.2	10.00	120.70	10.45	104.50
	<i>p</i> -NBA	51.60	10.00	62.18	10.58	105.80
	<i>o</i> -NBA	97.10	50.00	145.40	48.25	96.49
	<i>m</i> -NBA	110.2	50.00	160.00	49.77	99.53
	<i>p</i> -NBA	51.60	50.00	104.47	52.87	105.70

从表 6 可知,在不同浓度的硝基苯甲酸样品中加入不同浓度样品后,其回收率均在 96.09%~105.80% 之间,符合工业分析的要求,可作为硝基苯甲酸混合样品定量分析的方法.

2.2 实际样品分析

根据废水的性质和各硝基苯甲酸的含量,如图 6 所示,采用二级化学沉淀的预处理方案,利用所建立的分析方法对处理工艺中的废水和回收产品进行分析测定,实验结果如表 7 和表 8 所示.

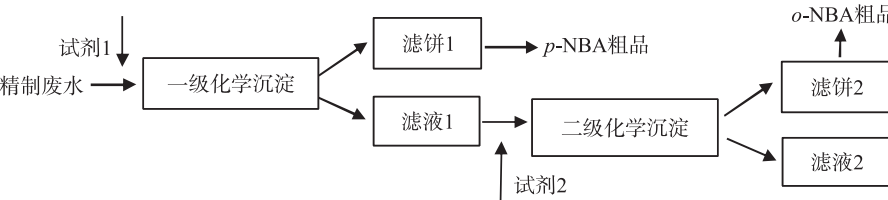


图 6 精制废水预处理工艺流程图
Fig. 6 Process flow chart of wastewater treatment

取 1 mL 不同处理工艺条件下的水样,用流动相溶解并稀释至标准曲线的线性范围内,按照本文的测量条件测定并计算各硝基苯甲酸的含量,测试结果如表 7 所示.

精确称量回收的 *o*-NBA、*p*-NBA 粗品样品 0.061 5、0.035 2 g,用流动相溶解并超声 10 min,冷却至室温,定容至 100 mL 容量瓶中,并稀释至标准曲线的线性范围内,按照本文的测量条件测定并计算各硝基苯甲酸的含量,分析其纯度,结果如表 8 所示.

表 7 水样分析结果
Table 7 Analysis results of actual water samples

样品	质量浓度/(g/L)		
	<i>o</i> -NBA	<i>m</i> -NBA	<i>p</i> -NBA
精制废水	127.50	22.05	17.86
滤液 1	103.17	11.74	2.95
滤液 2	3.24	0	0.08

表 8 回收固体样品的分析结果
Table 8 Analysis results of recovered solid samples

回收样品	组分含量/%			样品纯度/%
	<i>o</i> -NBA	<i>m</i> -NBA	<i>p</i> -NBA	
<i>o</i> -NBA 粗品	100	0	0	82.00
<i>p</i> -NBA 粗品	1.24	3.42	95.34	90.34

由表 7、表 8 可知,通过高效液相色谱法可分析水样中硝基苯甲酸异构体、资源化回收的 *o*-NBA、*p*-NBA 的组成,并由标准曲线可计算工艺废水中硝基苯甲酸异构体的质量浓度和回收粗品纯度. 精制废

水物料衡算结果表明,所建立的硝基苯甲酸测定方法快速、准确可信.因此,可采用该方法分析硝基苯甲酸精制废水.

3 结论

以甲醇和乙酸缓冲液体系为流动相(体积比为 35:65)、流速 1.0 mL/min、波长 267 nm 的紫外检测器可以实现邻、间、对硝基苯甲酸同分异构体的分离和定量分析.邻、间、对硝基苯甲酸分别在 12.14~194.20 mg/L、13.78~220.40 mg/L 和 6.45~103.20 mg/L 范围内线性关系良好(R^2 均大于 0.999 5),且有较低的检测限和定量限,满足定量分析要求.本文方法简单,可为间硝基苯甲酸精制废水处理提供水样及资源化回收 *o*-NBA、*p*-NBA 产品的分析.

[参考文献] (References)

- [1] WANG G H, LIU Q L, GUO M, et al. *m*-Nitrobenzoic acid synthesis conditions optimization[J]. Applied Chemical Industry, 2013(42):1105-1106.
- [2] DIAN D D, HONG Y B, CHANG L A, et al. Ultrasensitive detection of Sudan I in food samples by a quantitative immunochromatographic assay[J]. Food Chemistry, 2019(277):595-603.
- [3] YAN Z Q, QIN H S, REN J S, et al. Photocontrolled multidirectional differentiation of mesenchymal stem cells on an upconversion substrate[J]. Angewandte Chemie International Edition, 2018(57):11182-11187.
- [4] DUAN X R, YANG Y L, WANG S H, et al. Interaction between polymorphisms in cell-cycle genes and environmental factors in regulating cholinesterase activity in people with exposure to omethoate[J]. Royal Society Open Science, 2018,5(5):172357.
- [5] JAIN S, MANIMUTHU M S, SHARMA N, et al. High prevalence of non-tuberculous mycobacterial disease among non-HIV infected individuals in a TB endemic country experience from a tertiary center in Delhi, India[J]. Pathogens and Global Health, 2014,108(2):118-122.
- [6] WANG X R, TANG L, LI Y, et al. The photosensitization based on host-guest interactions in a layered double hydroxide imaging[J]. Imaging Science and Photochemistry, 2017,35(3):307-315.
- [7] LIN Q, GUAN X W, SONG S S, et al. A novel supramolecular polymer π -gel based on bis-naphthalimide functionalized-pillar arene for fluorescence detection and separation of aromatic acid isomers[J]. Polymer Chemistry, 2019(10):253-259.
- [8] 陈勇,袁倬斌. 邻、间、对-硝基苯甲酸的毛细管区带电泳分离、紫外检测的研究[J]. 应用基础与工程科学学报, 1995, 3(3):12-15.
- [9] 颜廷良. 工业废水中苯胺、硝基苯含量的测定[J]. 辽宁化工, 2011,40(11):1220-1222.
- [10] 张春雷,曹秋,颜慧. 毛细管气相色谱柱测定水中 12 种硝基苯类化合物[J]. 环境科学与管理, 2010,35(4):149-151.
- [11] 何立志,罗娟,罗蓉. 毛细管柱-气相色谱法测定水样中硝基苯类化合物残留量[J]. 理化检验(化学分册), 2010, 46(12):1438-1440,1446.
- [12] 李利荣,魏恩棋,王艳丽,等. 固相萃取气相色谱法测定水中 15 种硝基苯类化合物[J]. 环境监测管理与技术, 2012, 24(3):60-63,68.
- [13] 卢明伟. 固相萃取-高效液相色谱法测定水样中硝基苯类化合物[J]. 理化检验(化学分册), 2009, 45(4):425-427,430.
- [14] 乌云,宝凤荣,邹积峰,等. 薄层色谱法测定丰产素邻硝基苯酸钠、对硝基苯酸钠、5-硝基愈创木酸钠[J]. 化学世界, 2000,41(9):490-492.
- [15] 邵明武,林君,邱雪梅,等. 多元回归-紫外分光光度法同时测定硝基苯类化合物[J]. 中国环境监测, 2000,16(1):30-32.
- [16] 尹莉莉,张万峰. 还原-偶氮光度法测定水中硝基苯的方法探讨[J]. 北方环境, 2005,30(1):80,61.
- [17] 高从,杨宁,黄力. 库仑滴定法测定水杨酸醇溶液中水杨酸的含量[J]. 中国医院药学杂志, 2014,34(6):494-496.
- [18] ADRIANA D M, LUCAS C, FERNANDA M D, et al. Analysis of chlorogenic acids isomers and caffeic acid in 89 herbal infusions(tea)[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2018(73):76-82.
- [19] SREENIVASULU J, VENKATA R P, SAMPATH K R G, et al. Development of novel RP-HPLC method for separation and estimation of critical geometric isomer and other related impurities of tafluprost drug substance and identification of major degradation compounds by using LC-MS[J]. Journal of Chromatographic Science, 2016,8(8):1397-1407.
- [20] SEKI K I, NOYA Y, MIKAMI Y, et al. Isolation and identification of new vasodilative substances in diesel exhaust particles[J]. Environmental Science and Pollution Research, 2010,17(3):717-723.
- [21] 王小芳,金铨,任韧. 高效液相色谱法同时测定化妆品中的 8 种硝基苯类化合物[J]. 中国卫生检验杂志, 2014,

- 24(8):1094–1097.
- [22] 仲鑫,于水利,崔崇威,等. 固相萃取-高效液相色谱法测定水中 9 种苯环类有机酸[J]. 中国给水排水,2016,30(18):107–112.
- [23] 梁奕昌,义志忠,蔡志虹,等. 硝基甲苯与硝基苯甲酸异构体的高效液相色谱法分析[J]. 色谱,1999,17(4):397–398.
- [24] MING X, HAN S Y, QI Z C, et al. Chromatographic retention prediction and octanol-water partition coefficient determination of monobasic weak acidic compounds in ion-suppression reversed-phase liquid chromatography using acids as ion-suppressors[J]. Talanta, 2009, 79(3):752–761.
- [25] GARDNER M S, VOYKSNER R D, HANEY C A. Analysis of pesticides by LC-electrospray-MS with postcolumn removal of nonvolatile buffers[J]. Analytical Chemistry, 2009, 72(19):4659–4666.
- [26] 狄静波,董晓琪,陈平,等. 改性沸石处理酚类有机废水[J]. 哈尔滨商业大学学报(自然科学版),2018,34(4):423–426,446.
- [27] 曾泳淮. 分析化学[M]. 3 版. 北京:高等教育出版社,2010.
- [28] 马小利. 四氟苯甲酸反相高效液相色谱法分离条件的探索[J]. 广州化工,2010,38(7):149–150.
- [29] 龚时琼. 高效液相色谱分析中异常峰的分析与处理[J]. 实验技术与管理,2010,27(6):37–39,42.
- [30] AMIRHASSAN A, MASOUD M, SHADI D. A nanohybrid composed of polyoxotungstate and graphene oxide for dispersive micro solid-phase extraction of non-steroidal anti-inflammatory drugs prior to their quantitation by HPLC[J]. Microchimica Acta, 2019(186):534.

[责任编辑:严海琳]