

上述结果表明,用反相高效液相色谱ODS柱,在232nm处波长检测,对分析化工产品邻氯苯胺中杂质苯胺具有准确、快速和灵敏度高的特点。

参 考 文 献

(1) J. J. Kirkland, C.H. Dirks, Jr., Anal. Chem., 45, 1781(1973)
 (2) F.K. Chow, Eu Grushka, Anal. Chem., 49, 1756 (1977).

(3) D. E. Bradway, T. Shafik, J. Chromatogr. Sci., 15, 323(1977).
 (4) L. A. Sterson, W. J. Dewitte, J. Chromatogr., 138, 229(1977).
 (5) J. N. Little et al., J. Chromatogr. Sci., 8, 625(1970).
 (6) J. J. Destefano et al., J. Chromatogr. Sci., 8, 434(1970).

(收稿日期: 1987年8月18日)

高效液相色谱法测定火药中DINA, DEGN及C₂

王恩琪 谷志平

(华东工学院化工系, 南京)

火药中二乙醇基硝胺二硝酸酯(DINA)和硝化二乙醇(DEGN)可用气相色谱分析,但因为它们的热稳定性差,气化过程常引起分解,故结果的精度较差。高效液相色谱(HPLC)通常在室温下进行,样品不需要气化,避免发生热分解,因而结果精确度较高。

仪器和试剂

(一) 仪器: 日立-635型高效液相色谱仪; 834型微处理机。

(二) 试剂: DINA, DEGN及C₂由华东工学院306实验室精制。其它试剂均为AR级。

标准曲线的制作

用标准品配制五个不同浓度的标准溶液。组分含量列于表1。每种标准溶液在确定的色谱条件下测出各组分与内标物的峰高比。数据列于表2。色谱图见图1。

表 1 标准系列溶液配制表

| 组分 | 含量(mg/10ml) | | | | |
|------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| DEGN | 8.66 | 17.31 | 25.96 | 34.62 | 43.27 |
| DINA | 4.06 | 8.12 | 12.18 | 16.24 | 20.30 |
| C ₂ | 0.64 | 1.28 | 1.92 | 2.56 | 3.20 |
| φ-NO ₂ (内标) | 6.67 | 6.67 | 6.67 | 6.67 | 6.67 |

样品的测定

准确称取0.5000g刨花状样品于已恒重的滤杯

表 2 测定标准系列溶液所得数据

| 标准溶液序号 | 组分的峰高比 $h_{DINA} / h_{\phi-NO_2}$ | $h_{DEGN} / h_{\phi-NO_2}$ | $h_{C_2} / h_{\phi-NO_2}$ |
|-----------|-----------------------------------|----------------------------|---------------------------|
| 1 | 0.540 | 0.480 | 0.089 |
| 2 | 1.110 | 0.988 | 0.168 |
| 3 | 1.679 | 1.491 | 0.245 |
| 4 | 2.272 | 2.077 | 0.339 |
| 5 | 2.832 | 2.500 | 0.426 |
| γ (相关系数) | 0.9999 | 0.9999 | 0.9993 |
| a (曲线的截距) | 0.26 | 0.44 | 0.00 |
| b (曲线的斜率) | 7.065 | 17.07 | 7.56 |

标准曲线的回归方程为 $W_i \text{ (mg/10ml)} = a + bh_i / h_{\phi-NO_2}$

中,将滤杯放入提取器内,加25ml乙醚,在55℃恒温水浴中提取3小时后取出。将提取物中乙醚挥发尽,残留物用甲醇溶解并转移至10.00ml容量瓶中,取2.00ml于另一10.00ml容量瓶中,加入与配制标准溶液时等量的内标物,加甲醇至刻度,此溶液即可进行色谱分析。取同一种样品分别提取8个。测定结果列于表3。

回收率的测定

在已被准确测定过的样品溶液中准确加入已知量的DINA, DEGN及C₂,在测定样品相同条件下再进行测定,求出各组分的增量及回收率。数据列入表4。

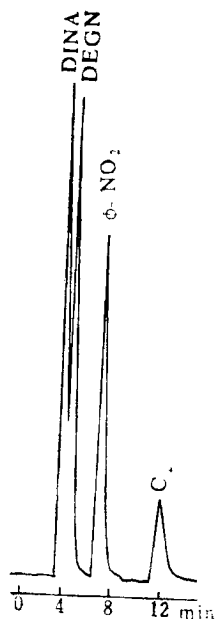


图 1 测定DINA, DEGN及 C₂的色谱图

色谱柱: YQG-C₁₈H₃₇ (5μ), φ4×150mm; 流动相: 甲醇/水(67:33); 流速: 0.6ml/min; 进样量: 1.4μl 紫外测定波长: 220nm.

表 3 火药样品中各组分的含量

| 序号 | 组分含量(%) | | | |
|----------------------------------------|--------------|--------------|----------------|--------------|
| | DINA | DEGN | C ₂ | NC* |
| 1 | 13.00 | 17.84 | 2.17 | 64.72 |
| 2 | 12.94 | 17.95 | 2.13 | 64.69 |
| 3 | 13.04 | 17.73 | 2.18 | 64.63 |
| 4 | 12.98 | 17.87 | 2.17 | 64.86 |
| 5 | 13.02 | 17.89 | 2.15 | 64.61 |
| 6 | 12.91 | 17.50 | 2.19 | 64.70 |
| 7 | 13.10 | 17.94 | 2.19 | 64.52 |
| 8 | 13.25 | 17.88 | 2.18 | 64.76 |
| 平均值 \bar{i} | 13.03 | 17.83 | 2.17 | 64.68 |
| 标准偏差 s | 0.11 | 0.15 | 0.02 | 0.09 |
| 置信区域 $\bar{i} \pm \frac{st}{\sqrt{n}}$ | 13.03 ± 0.09 | 17.83 ± 0.12 | 2.17 ± 0.02 | 64.68 ± 0.08 |
| 变异系数 CV% | 0.82 | 0.83 | 0.92 | 0.14 |

*注: NC (硝化棉) 含量用重量法测定。

表 4 各组分回收率的数据

| 序号 | DINA | | | DEGN | | | C ₂ | | |
|----|----------|---------|---------|----------|---------|---------|----------------|---------|---------|
| | 加入量 (mg) | 增量 (mg) | 回收率 (%) | 加入量 (mg) | 增量 (mg) | 回收率 (%) | 加入量 (mg) | 增量 (mg) | 回收率 (%) |
| 1 | 6.50 | 6.65 | 102.3 | 13.85 | 13.99 | 101.0 | 1.02 | 1.04 | 102.0 |
| 2 | 6.50 | 6.34 | 97.5 | 13.85 | 13.37 | 96.5 | 1.02 | 0.98 | 96.1 |
| 3 | 6.50 | 6.55 | 100.8 | 13.85 | 13.50 | 97.4 | 1.02 | 1.00 | 98.0 |
| 4 | 6.50 | 6.22 | 95.7 | 13.85 | 13.50 | 97.4 | 1.02 | 0.96 | 94.1 |
| 5 | 6.50 | 6.47 | 99.5 | 13.85 | 13.89 | 100.3 | 1.02 | 1.01 | 99.0 |
| 平均 | 6.50 | 6.45 | 99.2 | 13.85 | 13.65 | 98.5 | 1.02 | 1.00 | 97.8 |

参 考 文 献

- (1) 叶庆棠, 国外兵器, 3, 59(1979).
- (2) 彭耀珊, 火炸药, 3, 28(1986).

(收稿日期: 1987年5月25日)

Determination of DINA, DEGN and C₂ in Propellants by High Performance Liquid Chromatography Wang Enqi and Gu Zhiping, East China Institute of Technology, Nanjing

This paper deals with the separation and determination methods for dinitroxydiethylnitramine (DINA), nitrodiglycol(DEGN), and

centralite II(C₂) in mixed nitrated ester propellants by reversed-phase high performance liquid chromatography (HPLC). A φ4×150mm stainless steel column packed with YQG-C₁₈H₃₇ (5μ) is used. The mobile phase is aqueous solution of methanol(67%). Wavelength of UV detector is 220nm. Using nitrobenzene as the internal standard and analysing eight times for the same sample, the coefficients of variation are 0.82%(DINA), 0.83%(DEGN) and 0.92%(C₂), respectively. The recoveries are 99.16%(DINA), 98.55%(DEGN) and 97.80%(C₂), respectively.