

高效液相色谱法测定叔丁基过氧化酯中的叔丁基过氧化氢

王利涛^a 董树清^a 张志欣^{a,b} 张霞^{a,b} 王思琪^a 张榕^a 冯钟璞^a 赵亮^{a*}

(^a中国科学院兰州化学物理研究所, 兰州, 730000; ^b中国科学院研究生院, 北京, 100049)

【关键词】: 高效液相色谱; 叔丁基过氧化酯; 叔丁基过氧化氢; 氯化血红素

叔丁基过氧化酯在工业上有很广泛的用途, 特别是用于单体聚合的引发剂^[1]。但在叔丁基过氧化酯生产过程中无法完全去除反应物叔丁基过氧化氢, 而叔丁基过氧化氢对单体聚合有很大的影响, 因此, 叔丁基过氧化酯中的叔丁基过氧化氢含量的检测显得非常重要。

本文根据高效液相色谱柱后衍生法测定了叔丁基过氧化酯中的叔丁基过氧化氢, 该方法的原理是: 叔丁基过氧化酯经过色谱柱分离的叔丁基过氧化氢在反应管中发生衍生反应生成新物质, 即在氯化血红素的专一催化作用下, 叔丁基过氧化氢能够使对羟基苯乙酸转化为加合物, 然后用紫外检测进行测定^[2]。

使用紫外/可见分光光度计 (PerkinElmer) 对反应体系进行扫描, 确定最佳的检测波长为 226 nm, 流动相为 10^{-3} mol/L H_3PO_4 的甲醇/水混合溶液, 流速为 0.4 mL/min, 衍生化试剂为含有 1.6×10^{-6} mol/L 的氯化血红素和 1.6×10^{-5} mol/L 的对羟基苯乙酸的 $NH_4Cl/NH_3 \cdot H_2O$ 缓冲液, 流速为 0.4 mL/min, 温度控制在 30℃ 左右。反应管为内径 0.4 mm, 长 2.5 m 的不锈钢管。

使用该方法测定了两个厂家的八个样品, 标准品叔丁基过氧化氢出峰时间为 13 min, 最低检测限为 43 ppm, 线性范围为 $56 \sim 2.1 \times 10^3$ ppm。其结果如下:

过氧化物种类	过氧化物来源	叔丁基过氧化氢(ppm)
过氧化特戊酸叔丁酯	兰州	789
	天津	613
过氧化-3,5,5-三甲基己酸叔丁酯	兰州	624
	天津	566
过氧化-2-乙基己酸酯	兰州	294
	天津	未检测到
二叔丁基过氧化酯	兰州	257
	天津	831

参考文献:

- [1] 岳霞丽, 姚晶晶, 廖李, 蔚晓庆, 刘登才, 应用化工, 2008, 37, 808.
- [2] 徐金荣, 陈忠明, 色谱, 23, 366.