

用宽孔弹性石英毛细管气相色谱法分析 三羟甲基丙烷丙烯酸酯

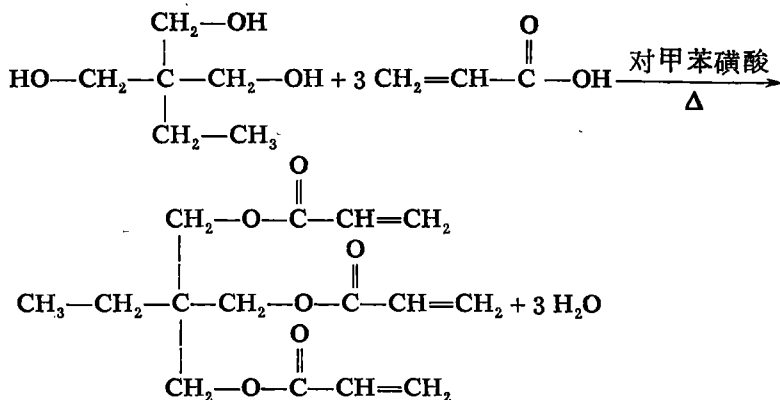
高毅飞

(北京东方化工厂研究所, 北京 101149)

摘要 采用宽孔弹性石英毛细管气相色谱法, 一次分析溶剂、丙烯酸(AA)、三羟甲基丙烷(TMP)、以及它们的二、三酯(TMPDA及TMPTA)含量。分析一个样品的时间约15 min, 精密度为4.6%。

关键词 三羟甲基丙烷丙烯酸酯, 气相色谱, 宽孔毛细管柱, 内标法

三羟甲基丙烷三丙烯酸酯(trimethylolpropane triacrylate, TMPTA)是一种高沸点三官能交联剂, 应用于UV、 β 、 γ 射线引发的聚合, 由于它具有高分子量和高官能度, 因而作为聚合交联剂的应用很广泛。制备该交联剂的酯化反应式为



因此在反应体系中有溶剂、丙烯酸(AA)、三羟甲基丙烷(TMP)及它们的二、三酯(TMPDA、TMPTA)。分析它们的含量对合成的工艺研究及产品的质量控制十分重要。在以前研究的基础上^[1,2]建立了本分析方法。

1 实 验

1.1 试剂

丙烯酸(CP级)三羟甲基丙烷(CP级); 三羟甲基丙烷三丙烯酸酯(纯度95%); 乙醇(AR级)。

1.2 色谱条件

HP 5890 色谱仪, FID 检测器, 3392 计算积分仪。弹性石英毛细管柱 0.53 mm × 10 m, OV-17 固定相。柱温: 60℃恒温1 min, 以 30℃/min 速率升温至 220℃, 汽化温度 330℃。分流比 1/15。内标法定量, 内标物为苯甲醇。

1.3 实验方法

第一届中国辐射固化会议论文

收稿日期: 1994-06-17

在 10 ml 容量瓶中精确称取 1 g 左右样品和 100—200 mg 内标物, 用乙醇稀释至刻度, 取 0.05 μ l 进入色谱仪, 启动仪器获得色谱峰面积, 用以下的公式计算含量

$$C = F_i \times (w_{\text{内}}/w) \times (A_i/A_{\text{内}}) \times 100\%$$

式中 F_i 为组分校正系数, w 为样品重量, $w_{\text{内}}$ 为内标重量, A_i 为组分峰面积, $A_{\text{内}}$ 为内标峰面积。

2 结果与讨论

2.1 色谱分离状况

图 1 为反应液色谱图, 从图可以看出反应溶剂、AA、内标、TMP、TMPDA 和 TMPTA 得到良好分离。

2.2 色谱条件的优化

最难分离的物质对是 AA 和溶剂, 采用程序升温起始温度 60℃ 可以使其达基线分离。经测定载气线速与柱效的关系, 线速在 7.5 cm/s 时有最高柱效, 为兼顾分析时间, 采用 28 cm/s 气速, 此时柱前压力 0.014 MPa。

2.3 校正系数及检量线求法

在 10 ml 容量瓶中精确称取 50—500 mg 苯(溶剂)、AA、TMPTA、TMP 配制成不同含量的 3 组标样, 每样品中精确称取范围在 200 mg 左右的内标(苯甲醇), 用乙醇稀释至刻度。在所设定

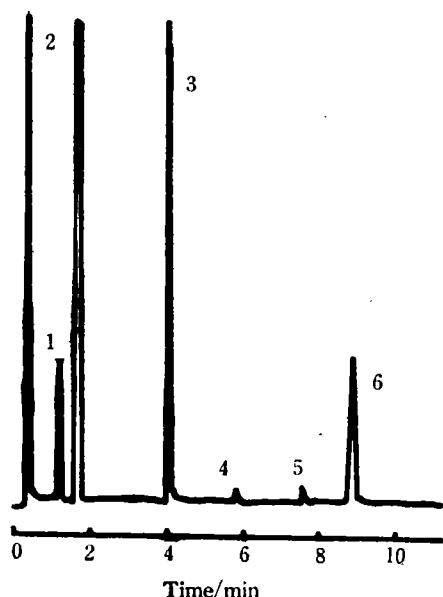


Fig 1. Reaction liquid chromatogram
(1) AA (2) solvent (3) inner standard
(4) TMP (5) TMPDA (6) TMPTA

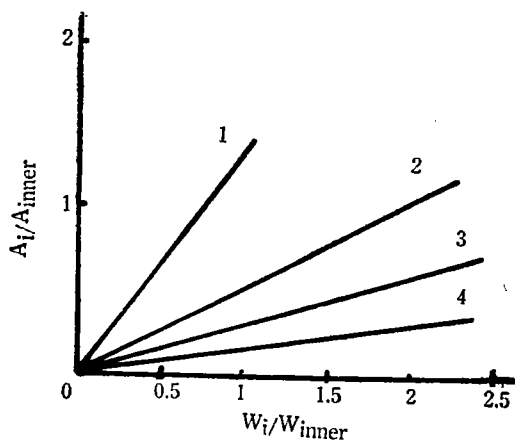


Fig 2. Quantitative curve,
(1) benzene (2) AA (3) TMPTA (4) TMP

色谱条件下分析, 每样品重复 3 次得到各组分及内标峰面积, 计算各组分与内标峰面积之比 ($A_i/A_{\text{内}}$), 取其平均值, 对各组分与内标重量之比 ($w_i/w_{\text{内}}$) 做检量线如图 2。根据公式 $F = (A_i/A_{\text{内}}) \div (w_i/w_{\text{内}})$ 计算各组分校正系数。TMPDA

因无标样, 用文献[1]法求得。

由图 2 可知上述 4 组分在所测范围内都有良好的线性。

2.4 分析精密度

同一样品在同样条件下分析 10 次, 测得精密度见表 1。

Tab 1. Analysis precision

Compound	Tr/min	$\sigma \cdot \text{Tr}^{-1}/\%$	A	$\sigma \cdot A^{-1}/\%$
Solvent	1.09	0.45	5.6	3.8
AA	1.34	0.36	0.57	1.7
Benzyl alcohol	4.27	0.11	0.30	2.6
TMPDA	7.79	0.21	0.27	5.5
TMPTA	9.14	0.18	0.88	7.3
Average	—	0.26	—	4.6

Tr, retention time σ , standard deviation A, peak area

由表 1 可见, 分析的结果重现性良好, 精密密度为 4.6%。

参 考 文 献

- 1 高毅飞, 王爱民, 陈晓梅等. 分析化学, 1991, 19(3): 303
- 2 高毅飞. 精细化工, 1993, 4: 38

GAS CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF TRIMETHYLOLPROPANE ACRYLATE WITH WIDE BORE FLEXIBLE FUSED SILICA CAPILLARY COLUMN

Gao Yifei

(Beijing Eastern Chemicals Works, Beijing 101149)

ABSTRACT The wide bore (0.53 mm) flexible fused silica capillary column was successfully used for the determination of trimethylol acrylate system. The method can analyze solvent, AA, TMP, TMPDA and TMPTA in the system at the same time. Analysis precision is about 4.6%.

KEYWORDS Trimethylolpropane acrylate, Gas chromatography, Wide bore capillary column, Inner standard method