

## • 短篇报道 •

## 一种化工助剂的成分剖析

张胜强 董帆<sup>1</sup> 陈燕玲<sup>1</sup> 蔡松娥<sup>2</sup>

(药物分析研究室: 扬州化工研究所)

## ANALYSIS OF A CHEMICAL AGENT

Zhang Shengqiang, Dong Fan<sup>1</sup>, Chen Yanling<sup>1</sup> and Cai Songe<sup>2</sup>Department of Pharmaceutical Analysis,<sup>2</sup> Yangzhou Research Institute of Chemical Industry

一种新型化工助剂, 有关它的分析文献极少<sup>[1]</sup>。为了考察其成分和质量, 用高效液相色谱进行了主成分的分离和光谱鉴定。

**一、提取** 称取试样 1.00g 以甲醇 25.00ml 浸渍约 24h, 抽滤, 分出溶液。滤渣再用甲醇、己烷依次浸渍、抽滤, 浸渍液在 260nm 的吸收应低于 0.01。

**二、检测** 高效液相色谱用 ODS 柱、甲醇—水(85:15)流动相。测得样品提取液色谱图(图 1a), 图中有 1, 2, 3 号峰。新提的溶液中, 1, 2 号峰很小, 主要是 3 号峰。1, 2 号峰面积总和的归一化结果小于 4%。对同一溶液的留样, 在两个月以后观察其色谱图, 1, 2 号峰面积的归一化组成明显增大, 而 3 号峰变小(图 1b)。因此 3 号峰为试样主成分, 1, 2 号峰可能为 3 号峰的分解产物。

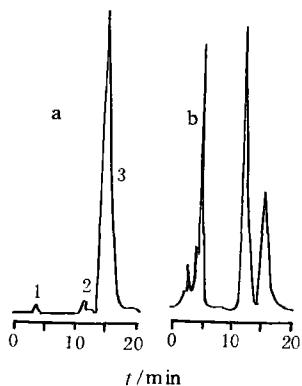


Fig 1. Separation of methanolic extracts of sample  
a. fresh extracts b. old solution 1. impurity 2. impurity  
3. 1,3-bis (t-butylperoxyisopropyl) benzene

**三、HPLC 制备 3 号峰** 在制备过程中, 收集 3 号色谱峰高 1/2 以上的流出部分, 使制备物有足够的纯度和浓度。新配制的试样, 1, 2 号峰太小, 未能

收集。3 号峰收集液立即在室温用流水泵减压抽吸将溶剂除去, 得到 3 号峰纯样, 进行主成分鉴定。

**四、主成分鉴定** 白色结晶, mp 50.1~51.1℃; UV (CH<sub>3</sub>OH)  $\lambda_{\text{max}}$  260nm; IR (KBr)  $\nu$  3063, 1602, 1585, 1484, 1086, 862, 796, 708 cm<sup>-1</sup>; <sup>1</sup>H NMR (CD<sub>3</sub>OD)  $\delta$ <sub>H</sub> 1.12 (18H, s, 6 × CH<sub>3</sub>) ; 1.47 (12H, s, 4 × CH<sub>3</sub>) , 7.20~7.55 (4H, 芳核, 其中 7.20(3H, m)) , 7.55 (1H, t); <sup>13</sup>C NMR (CD<sub>3</sub>OD)  $\delta$ <sub>C</sub> 27.06, 27.39, 79.66, 82.48, 124.14, 124.95, 128.31, 146.48.

红外光谱表明 3 号峰为芳香化合物, 且与  $\alpha$ - $\alpha'$ -二(特丁基过氧)二异丙基苯标准红外光谱基本一致<sup>[2]</sup>, 其中 1086 (C-D), 862 (O-O), 但该标准光谱未列出该化合物的结构式, 也未见有关该化合物的波谱资料发表。NMR 谱图表明苯核中有两个碳的谱线重合, 这一谱线特征为间二取代所特有, 不可能为邻对位取代, 结合 INEPT 谱, 进一步辨认了分子中的 CH<sub>3</sub>, CH, C, 并确证无 CH<sub>2</sub>, 根据以上分析, 主成分 3 号峰的结构推测为 1,3-双(特丁基过氧异丙基)苯。

**五、1,3-双(特丁基过氧异丙基)苯的合成验证** 以间苯二甲酸为起始原料, 通过格氏反应, 缩合反应合成了 1,3-双(特丁基过氧异丙基)苯, 提纯后进行色谱、紫外、红外和 NMR 测定, 结果与 3 号峰制备物相同。

**致谢** 闵知大教授审阅全文。

## 参考文献

- 1 Read H. *Anal Proc*, 1984; 21(6):197~9
- 2 Sadler Research Laboratories. *Sadler Standard Spectra*, D4994K