

*Й. П. ШЕВЧУК, В. К. ПІДДУБНИЙ,
З. П. ШИПКА, Н. А. ПУЩИНА, П. І. ГАВРИЛЮК*

ХРОМАТОГРАФІЧНИЙ АНАЛІЗ МЕТИЛОВОГО ЕФІРУ БЕНЗОЇНУ

Використання метилового ефіру бензоїну як фотоініціатора полімеризаційних процесів [2, 3] змушує розробляти методику його кількісного визначення. Така методика важлива як з точки зору характеристики чистоти продукту, виробництва якого освоюється в промислових масштабах, так і при кінетичних дослідженнях фотолізу метилового ефіру бензоїну і фотоініційованих полімеризаційних процесів.

Попередніми дослідями виявлено, що до домішок, які негативно впливають на ефективність фотоініціювання, слід віднести бензил, нагромаджуваний у метиловому ефірі бензоїну при синтезі та його зберіганні, і бензоїн — вихідний продукт синтезу фотоініціатора.

Кількісний аналіз бензилу та бензоїну ваговим і об'ємним методами триває від кількох годин до 1...2 діб [1]. Для прискорення кількісного визначення метилового ефіру бензоїну та згаданих домішок використовуємо метод газорідинної хроматографії. Серед попередньо випробуваних нерухомих фаз кращі результати розділення компонентів одержані на хроматографічній колонці, заповненій хезасорбм *N-AW* (зернення 0,315...0,400 мм), обробленим поліетиленгліколем (15% від маси хезасорбу).

Хроматографування штучних сумішей і досліджуваних зразків проводили на хроматографі ЛХМ-7А з детектором по теплопровідності при таких умовах: температура термостата колонки 200° С, температура термостата детектора 250° С, струм моста детектора 95 мА, розхід газу-носія (гелій) 50 мл/хв, об'єм проби 10...20 мкл.

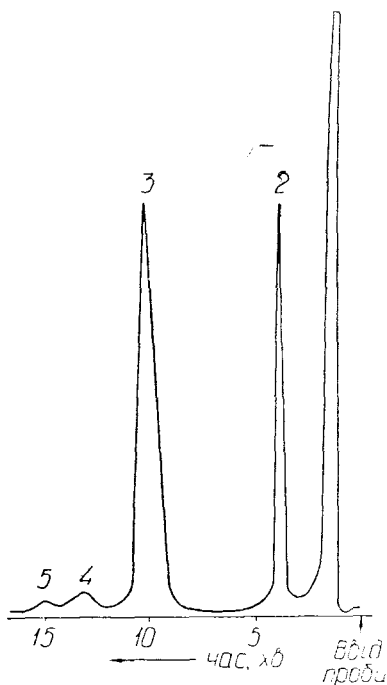
у вигляді 10%-ного розчину в бензолі, довжина колонки 1 м. Час виходу продуктів аналізу становить 17 хв. При названих умовах хроматографування одержують хроматограми досліджуваних речовин і внутрішнього еталону з чітко розділеними симетричними піками (див. рисунок).

Ідентифікацію продуктів проводили методом порівняння часу утримання індивідуальних компонентів і компонентів модельних сумішей, а також методом добавок.

Кількісне визначення продуктів проводили методом внутрішнього еталону, яким був хроматографічно чистий диметилфталат. Поправочні коефіцієнти розраховані з хроматограм штучних сумішей, приготуєних у вигляді розчинів чистого компоненту і еталону в бензолі, дорівнюють 1,06 і 0,94 для метилового ефіру бензоїну та бензилу відповідно. Вміст бензоїну і неідентифікованих домішок визначали за різницею.

Результати хроматографічного аналізу промислових зразків метилового ефіру бензоїну (див. таблицю) свідчать про цілком задовільне їх відтворення.

Відносна помилка визначення метилового ефіру бензоїну та бензилу не перевищує 6%. Запропоно-



Хроматограма метилового ефіру бензоїну: 1 — бензол; 2 — диметилфталат; 3 — метиловий ефір бензоїну; 4 — бензил; 5 — бензоїн.

Результати аналізу промислових зразків метилового ефіру бензоїну

Зразок продукту	№ проби	Метиловий ефір бензоїну, %	Бензил, %	Бензоїн і неідентифіковані продукти, %
Метиловий ефір бензоїну (ТУ 6-14-39-75)	1	94,1	4,8	1,1
	2	92,6	5,1	2,3
	3	93,3	5,4	1,3
Метиловий ефір бензоїну (технічний)	1	74,5	23,8	1,7
	2	75,2	21,5	3,3
	3	74,1	22,3	3,8

вана методика успішно використана для кількісного аналізу дослідних партій метилового ефіру бензоїну при розробці промислового методу його синтезу, а також при дослідженні фотолізу метилового ефіру бензоїну.

Список літератури: 1. *Губен-Вейль*. Методы органической химии. — М. Госхимиздат, 1963, т. 2. 2. *Kuhlmann R., Schnabel W.* Flash photolysis investigation on primary processes of the Sensitized polymerization of vinylmonomers. — *Angew. Macromol. Chem.*, 1978, v. 70. 3. *Dedwith A.* Photoinitiation by aromatic carbonyl compounds. — *J. Oil. Col. Chem. Assoc.*, 1976, v. 59.

The method of express-analysis of benzoin methyl ether and accompanying admixtures (benzyl, bensoine) is elaborated. The chromatographic analysis method may be used for the analytic control of benzoin methyl ether obtaining process and in the kinetic investigation of its photolysis process.

Стаття надійшла в редколегію 23. 01. 82
