

Л.В. Малахова, С.А. Бедеров, С.В. Покровская, Е.А. Салькова

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА В ПРОДУКТАХ СИНТЕЗА СУКЦИНИМИДНЫХ ПРИСАДОК МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Алкенилянтарный ангидрид (АЯА), являющийся полупродуктом в производстве сукцинимидных присадок, синтезируют на основе малеинового ангидрида и октола. Продукт синтеза представляет собой АЯА и непрореагировавший октол.

Для определения собственно АЯА (активного вещества) в продукте синтеза применяется метод адсорбционной хроматографии на силикагеле. Существенным недостатком этого метода является его продолжительность, а также удовлетворительная воспроизводимость результатов анализа.

В данной работе представлена попытка количественного определения алкенилсукцинангидридных групп в продукте синтеза с помощью ИК-спектроскопии, основанная на характеристичности ИК-спектра поглощения сукцинангидридного кольца в области частот $1740-1820 \text{ см}^{-1}$ (рис. 1). Полоса поглощения, обусловленная колебаниями карбонильной группы (1740 см^{-1}), принята в качестве эталонной.

Спектры стандартных растворов записывались с помощью спектрофотометра Grubb Persons в области частот $1000-2500 \text{ см}^{-1}$. Запись проводили по методу компенсации с использованием кюветы переменной толщины из NaCl при толщине поглощающего слоя 0,2 мм. Оптическую плотность эталонной полосы 1740 см^{-1} для каждого из растворов с известной концентрацией АЯА определяли по базисной линии, проведенной через основания полос 1110 и 1820 см^{-1} (рис. 2).

Из рис. 2 видно, что зависимость оптической плотности полосы поглощения в области 1740 см^{-1} от концентрации АЯА имеет линейный характер.

Содержание активного вещества в продукте синтеза присадки определяли следующим образом: готовили раствор определенной концентрации смеси АЯА и октола в четыреххлористом углероде. По ИК-спектру данного раствора находили оптическую плотность эталонной полосы. Этой плотности соответствует концентрация C_1 , определяемая по калибровочному графику (рис. 2).

Концентрация АЯА в полупродукте присадки определялась по формуле:

$$C = \frac{C^1}{C^2} 100\%,$$

где C^1 — концентрация АЯА, определяемая графически, %; C^2 — концентрация исследуемой смеси, %.

Для характеристики точности и сопоставления результатов определения активного вещества методами ИК-спектроскопии и адсорбционной хромато-

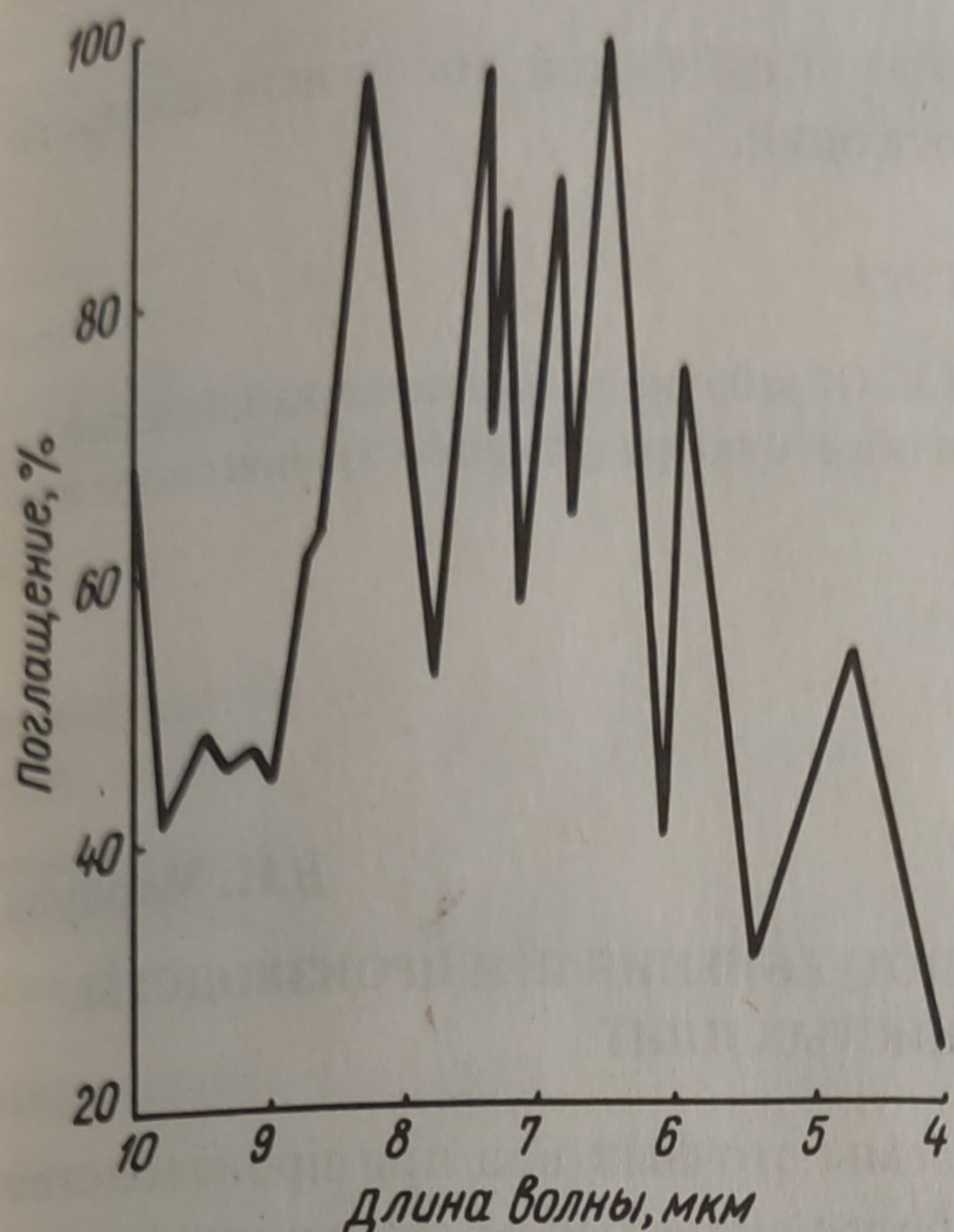


Рис. 1. ИК-спектр поглощения алкенилярного ангидрида.

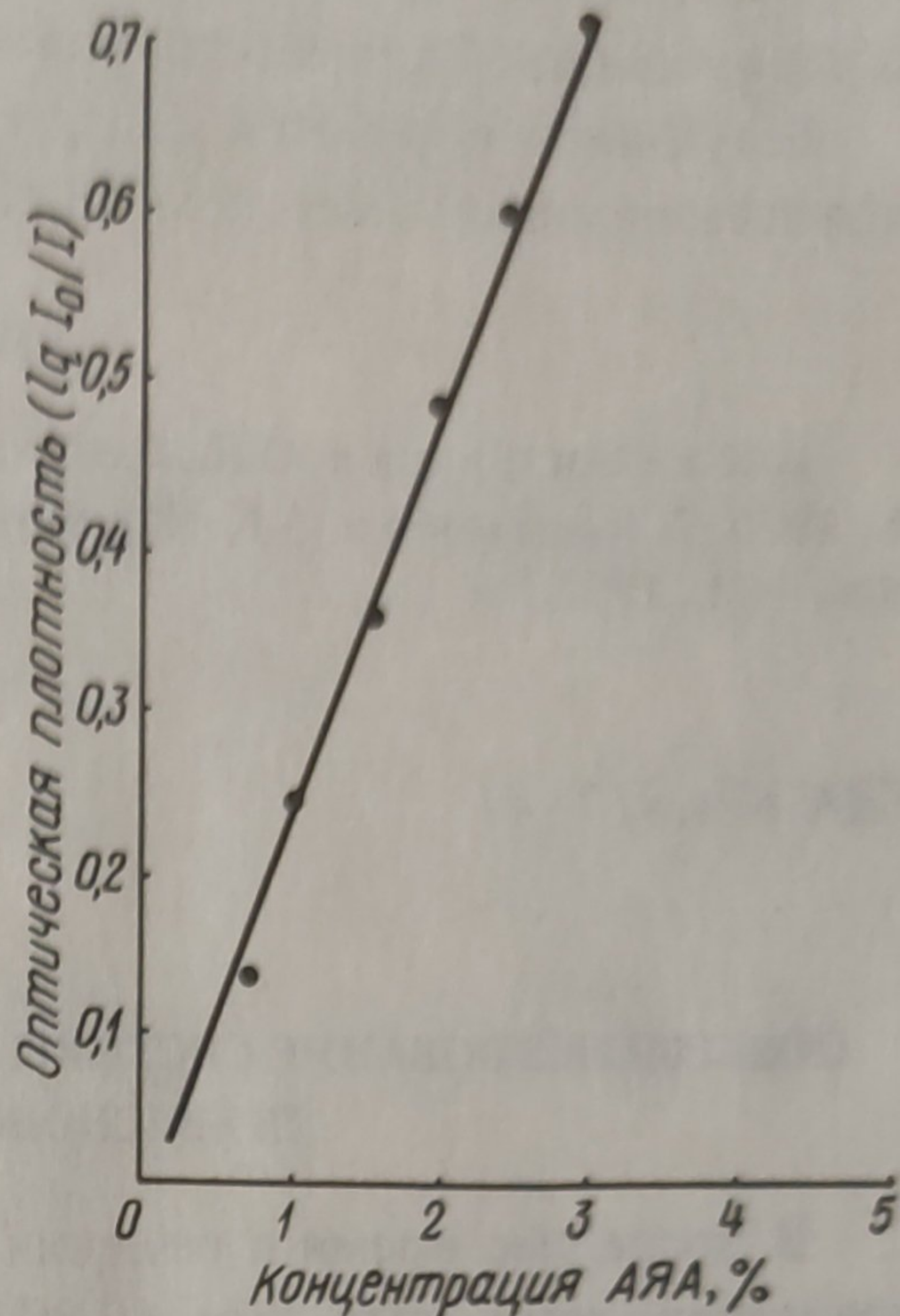


Рис. 2. Зависимость оптической плотности эталонной полосы поглощения от концентрации алкенилярного ангидрида.

графии проведена статистическая обработка результатов анализов [1,2]. Результаты статистической обработки представлены в табл. 1.

Таким образом, определяемая величина методами ИК-спектроскопии и адсорбционной хроматографии равна $57,6 \pm 0,55\%$ и $53,2 \pm 1,64\%$ соответственно. Коэффициент вариации (воспроизводимость) в параллельных определе-

Табл. 1. Сравнение результатов определения активного вещества методами ИК-спектроскопии и адсорбционной хроматографии

Образец	Метод ИК-спектроскопии				Метод адсорбционной хроматографии			
	Содержание АЯА, %	Средн. арифм. значение	Дисперсия	Средн. квадратичн. отклонение	Содержание АЯА, %	Среднеарифм. значение	Дисперсия	Средн. квадратич. отклонение
1	57				51			
2	57				51			
3	57	57,6	0,3	0,55	52	53,2	2,7	1,64
4	58				55			
5	58				54			

ниях составляет 0,95% – для метода ИК-спектроскопии и 3,0% – для метода адсорбционной хроматографии.

Результаты обработки свидетельствуют о надежной воспроизводимости результатов анализа методом ИК-спектроскопии.

ЛИТЕРАТУРА

1. К а с а н д р о в а О.Н., Л е б е д е в В.В. Обработка результатов наблюдений. – М., 1970.
2. Ч а р ы к о в А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. – М., 1977.