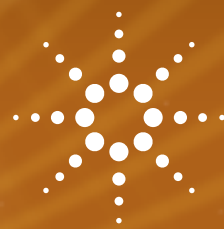


ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИТАКОНОВОЙ КИСЛОТЫ, АКРИЛОНИТРИЛА И МЕТИЛАКРИЛАТА В РЕАЦИОННОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИОННОЙ СМЕСИ МЕТОДОМ ОБРАЩЕННО-ФАЗОВОЙ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ СО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.



Markets & Applications Programs
Аналитические решения



Agilent Technologies

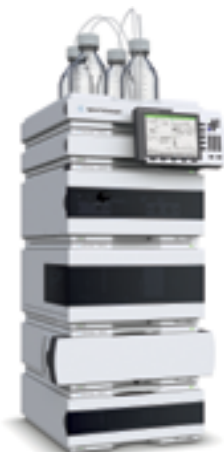
Authorized Partner Laboratory

Тип публикации

Авторы

А.В. Пирогов (Andrey Pirogov)
И.А. Дьячков (Ivan Dyatchkov)

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет.



Представлен способ количественного определения мономеров (итаконовой кислоты, акрилонитрила и метилакрилата) в полимеризационной смеси для получения полиакрилонитрильного волокна методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Метод характеризуется низкими пределами обнаружения и экспрессностью.

Введение

Полиакриловое волокно широко известно и повсеместно применяется благодаря своим уникальным свойствам, таким как высокая прочность, термостабильность и химическая инертность. Одной из важнейших характеристик любого процесса полимеризации, позволяющей осуществлять контроль производства и регулирование свойств готового продукта, является соотношение мономеров и содержание агентов передачи цепи в реакционной смеси. Отклонение значений содержания компонентов от стандартных, заложенных в технологический регламент, свидетельствует о нарушениях в технологическом процессе полимеризации, что неизбежно повлияет на качество получаемого ПАН-прекурсора.

Для улучшения свойств полиакрилового волокна в его состав вводят итаконовую кислоту и метилакрилат. Введение итаконовой кислоты и метилакрилата происходит на стадии полимеризации акрилонитрила. В зависимости от соотношения акрилонитрила-итаконовой кислоты и метилакрилата можно получать материалы, отличающиеся по своим свойствам. В процессе полимеризации используется раствор роданида натрия. Большая часть растворителя - это регенерированный раствор, который в процессе полимеризации используется многократно. При этом в нём накапливаются примеси, которые отрицательно влияют на процесс полимеризации и, соответственно, на качество углеродных волокон. Существующие методики определения компонентов реакционной смеси при производстве ПАН сополимера устарели и часто не удовлетворяют требованиям к точности и воспроизводимости анализа.



Экспериментальная часть

Оборудование

Наименование	Модель
1200 Binary Pump	G1312A
1200 Degasser	G1379A
1200 Autosampler	G1313A
1200 Thermostatted Column Compartment	G1316A
1200 Diode Array Detector	G1315B

Расходные материалы/Условия эксперимента

Параметр	Условия
Колонка	ZORBAX Eclipse XDB-C18 5 µm 4.6x150 mm
Элюент	95/5 0.1 % H ₃ PO ₄ / ACN, pH2.6
Способ элюирования	Изократическое
Скорость потока элюента	1 мл/мин
Температура колонки	30 °C
Объем вводимой пробы	20 мкл
Промывка иглы	2 сек ацетонитрилом/вода = 50/50
Длина волны детектирования	210 нм
Размер щели	4 нм
Скорость сбора данных	80 Hz
Тип ячейки	Стандартная – 13 мкл

Пробоподготовка

В коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³ наливают 900 см³ дистиллированной воды и приливают к ней при перемешивании 1 см³ анализируемой пробы. Полученный раствор охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой.

Реактивы

Использованы следующие реактивы: Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, Кислота ортофосфорная концентрированная, квалификации «х.ч.», Ацетонитрил, квалификации «чистый для хроматографии», итаконовая кислота, квалификации «х.ч.», акрилонитрил, квалификации «х.ч.», метилакрилат, квалификации «х.ч.»

Приготовление подвижной фазы

Приготовление раствора ортофосфорной кислоты с содержанием 0.1 % по объему.

В коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 1000 см³ наливают 900 см³ дистиллированной воды и приливают к ней при перемешивании 1 см³ концентрированной ортофосфорной кислоты. Полученный раствор охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят не более 3 дней.

Программное обеспечение

Agilent ChemStation 35900 A/D version B.01.03

Результаты и их обсуждение

На рис.1 приведена хроматограмма мономеров в разбавленной в 1000 раз полимеризационной смеси. Достигается экспрессное (менее 10 минут) определение целевых компонентов при хорошем разрешении пиков

и отделении их от пиков мешающих веществ в матрице пробы.

Некоторые метрологические характеристики способа определения приведены в таблице 1.

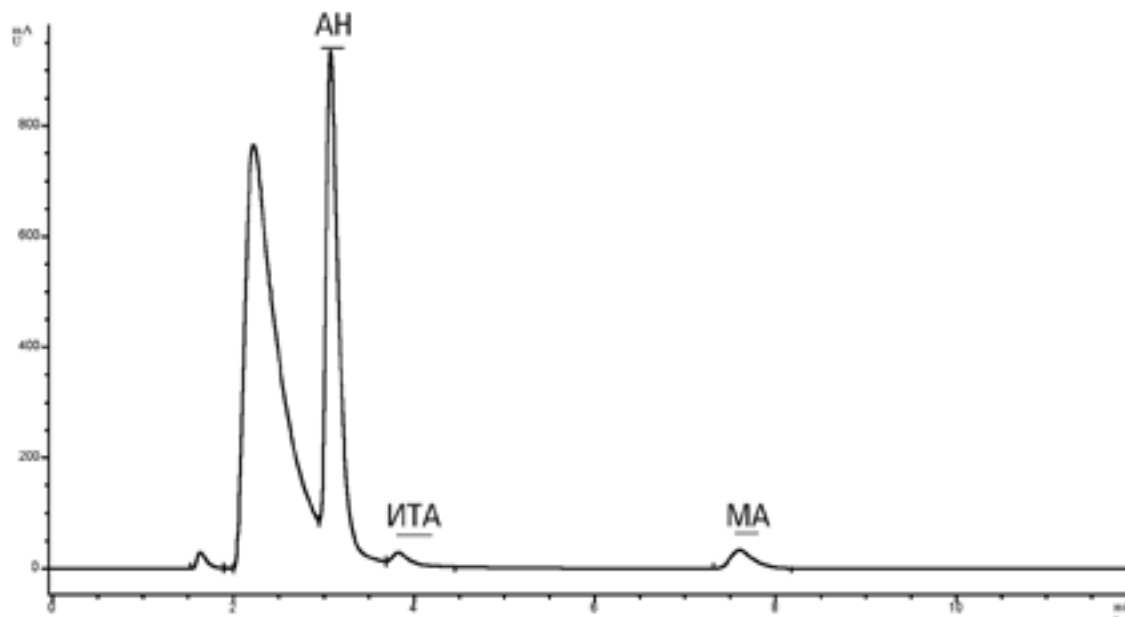


Рис.1. Хроматограмма мономеров (итаконовая кислота (ИТА), акрилонитрил (АН) и метилакрилат (МА) в разбавленной в 1000 раз полимеризационной смеси. Колонка: ZORBAX Eclipse XDB-C18 5 μm 4.6x150 mm. Элюент: 95/5 0.1 % H_3PO_4 / ACN, pH 2.6. Скорость потока элюента 1 мл/мин. Температура колонки 30 °С. Объем вводимой пробы 20 мкл. Спектрофотометрическое детектирование при 210 нм.

Компонент	r^2	Линейный диапазон, мг/л
Итаконовая кислота	0.9992	2,5-50
Акрилонитрил	0.9993	100-800
Метилакрилат	0,9992	6-80

Таблица 1

Закключение

Разработан способ количественного определения итаконовой кислоты, акрилонитрила и метилакрилата в полимеризационной смеси для получения полиакрилового волокна методом высокоэффективной жидкостной хроматографии со спектрофотометрическим детектированием.

Контакты: Agilent MAPs:
maps_agilent@agilent.com

Дополнительная информация:
<http://www.your-analytical-solution.com>

This information is subject to change without notice.

© Agilent Technologies, Inc. 2013
Published in USA, August 15, 2013
5991-3159RURU

