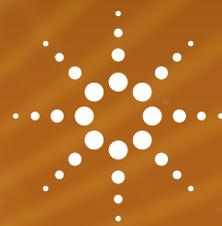


# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИТАКОНОВОЙ КИСЛОТЫ, АКРИЛОНИТРИЛА И МЕТИЛАКРИЛАТА В РЕАЦИОННОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИОННОЙ СМЕСИ МЕТОДОМ ОБРАЩЕННО-ФАЗОВОЙ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ СО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ.



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 (итаконной 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 итаконную кислоту и метилакрилат. Введение итаконной кислоты и метилакрилата происходит на стадии полимеризации акрилонитрила. В зависимости от соотношения акрилонитрила-итаконной 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 <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> / 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 см<sup>3</sup> наливают 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и приливают к ней при перемешивании 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> наливают 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и приливают к ней при перемешивании 1 см<sup>3</sup> 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.

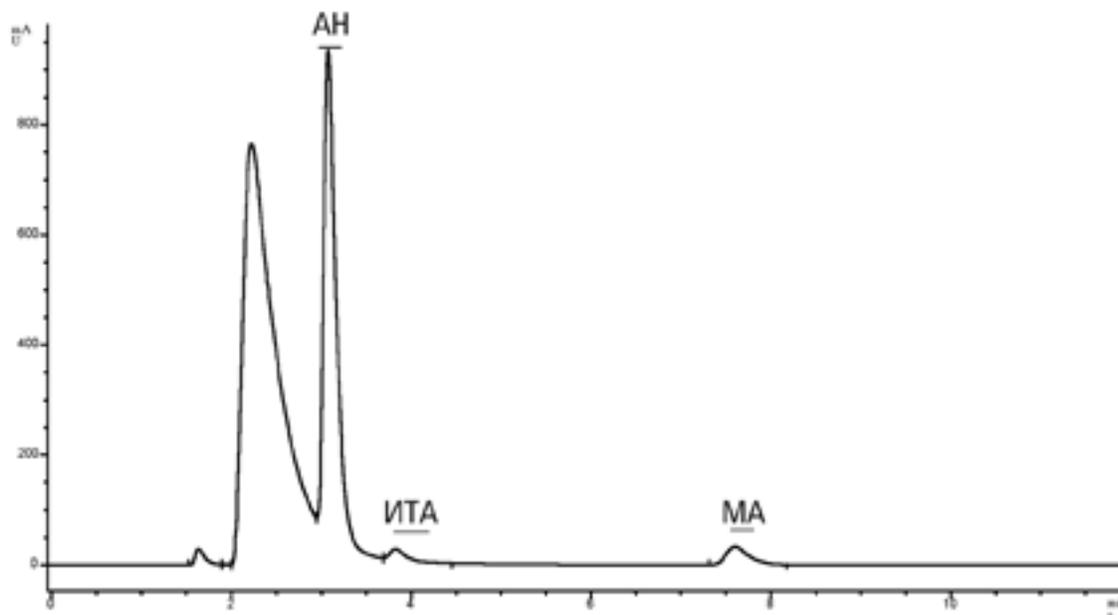


Рис.1. Хроматограмма мономеров (итаконовая кислота (ИТА), акрилонитрил (АН) и метилакрилат (МА) в разбавленной в 1000 раз полимеризационной смеси. Колонка: ZORBAX Eclipse XDB-C18 5  $\mu$ m 4.6x150 mm. Элюент: 95/5 0.1 %  $H_3PO_4$  / ACN, pH 2.6. Скорость потока элюента 1 мл/мин. Температура колонки 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

## Заключение

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

