

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНОГО
МОНОМЕРА (ХЛОРОПРЕНА) В ЛАТЕКСЕ

Г. С. ХЗАНЯН, Х. М. ХАНАМИРЯН и И. И. ОГАНЕСЯН

Научно-производственное объединение «Наирит», Ереван

Поступило 23 VII 1980

Товарные латексы имеют широкое применение в народном хозяйстве и требования к их качеству непрерывно возрастают. Одним из характерных показателей последних является количество остаточного мономера, т. к. от него зависят токсичность и стабильность латекса.

Методы анализа остаточного мономера в латексах подразделяются на неинструментальные [1—3] и инструментальные [4]. Первые отличаются трудоемкостью и недостаточной надежностью. Из инструментальных методов анализа наиболее надежным и удобным является метод газо-жидкостной хроматографии.

Так как прямой ввод латекса в хроматограф исключается вследствие высокой адгезионной способности его частиц, перед анализом проводится предварительная обработка пробы латекса. В литературе описаны методы, в которых хроматографируется органический слой, выделенный быстрой перегонкой из латекса [5], или аликвотная часть раствора, полученного растворением латекса в соответствующем растворителе [6]. Имеется также метод определения остаточного мономера хроматографированием газовой пробы, полученной быстрым испарением латекса при 170° [7].

Нами разработан газо-жидкостной хроматографический метод количественного определения остаточного мономера—хлоропрена в латексах, в котором подвергается анализу экстракт, образующийся при экстрагировании хлоропрена и других компонентов из латекса 1,4-диоксаном. Анализ проводится на хроматографе «Цвет-4» с пламенно-ионизационным детектором. Разделительная колонка длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм заполнена диатомитовым кирпичом фракции 0,315—0,2 мм, пропитанным 20% ПЭГ-2000; температура колонки 130°. Расход газа-носителя (азота) 60 мл/мин, водорода—60 мл/мин, воздуха—600 мл/мин. Предел измерения 100 мВ, входное измерительное сопротивление 10⁸ Ом, величина пробы 1 мкл. Количественное определение хлоропрена в латексах проводится методом внутреннего стандарта,

в качестве последнего применяется *o*-ксилол. Для установления относительного градуировочного коэффициента хлоропрена по *o*-ксилолу применяется 1,4-диоксан. Калибровочный коэффициент хлоропрена (по *o*-ксилолу) составляет 1,48; рассчитывается он по следующей формуле:

$$K_i = \frac{S_{\text{от}} \cdot C_i}{S_i \cdot C_{\text{от}}}$$

где K_i — относительный калибровочный коэффициент хлоропрена; $S_{\text{от}}$ — площадь пика* *o*-ксилола, мм²; C_i — содержание определяемого хлоропрена, г; S_i — площадь пика* определяемого хлоропрена, мм²; $C_{\text{от}}$ — содержание *o*-ксилола, г.

Колба с 25 мл 1,4-диоксана взвешивается, добавляется 10 мкл *o*-ксилола и снова взвешивается, после чего по каплям добавляется 2 мл анализируемого латекса, и смесь взвешивается. Точность взвешиваний 0,0002 г. Во время прибавления латекса к 1,4-диоксану из латекса выделяется полимер, а органические вещества переходят в раствор. Колба с содержимым устанавливается во встряхиватель и взбалтывается 10 мин. Из полученного экстракта микрошприцем отбирается 1 мкл пробы и вводится в испаритель хроматографа. Продолжительность хроматографирования 5 мин.

Аналізу подвергались серийные латексы ЛНТ-1, Л-4, КР, Л-18, Л-14-ДХБ, Л-7, Л-14-НТ (табл. 1).

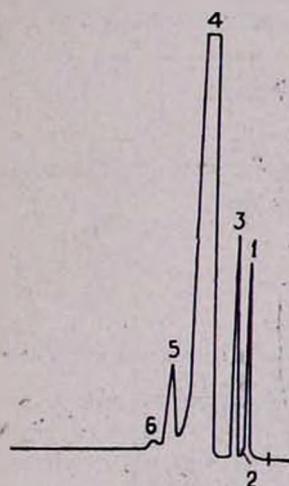


Рис. 1 — β-хлоропрен, 2 — α-хлоропрен, 3 и 6 — примеси 1,4-диоксана, 4 — 1,4-диоксан, 5 — *o*-ксилол.

Таблица 1

Тип латекса	Содержание остаточного мономера, вес. %
ЛНТ-1	0,230
Л-4	0,274
КР	0,180
Л-18	0,110
Л-14—ДХБ	0,150
Л-7	0,604
Л-14—НТ	0,120

На рисунке приводится хроматограмма определения остаточного мономера—хлоропрена, в латексе.

* Вместо площади пика можно подставить значение его высоты (h), мм.

Содержание хлоропрена в латексе рассчитывается по следующей формуле:

$$X = \frac{S_1 \cdot K_1 \cdot C_{ст} \cdot 100}{S_{ст} \cdot m}$$

где X — содержание свободного хлоропрена в латексе, вес. %; S_1 — площадь пика* хлоропрена, $мм^2$; K_1 — относительный калибровочный коэффициент хлоропрена; C — содержание *o*-ксилола, г; $S_{ст}$ — площадь пика* *o*-ксилола, $мм^2$; m — навеска испытуемого латекса, г.

Полнота экстракции хлоропрена для испытанных латексов подтверждена следующим образом: образующийся полимер из растворов отделен, высушен фильтровальной бумагой, разделен на мелкие кусочки и произведена вторичная экстракция в 25 мл 1,4-диоксана. После 20-минутного встряхивания проведен анализ соответствующих экстрактов, который показал полное отсутствие хлоропрена в экстрактах.

Полученные результаты определения остаточного мономера (хлоропрена) в латексах подвергались статистической обработке (табл. 2).

Таблица 2

Данные анализа (при $n=11$)

Среднее арифметическое значение \bar{X} , масс. %	Стандартное отклонение, S	Точность определения, \pm	Доверительный интервал, $X = \bar{X} \pm \pm$	Относительная ошибка, $\frac{\pm}{\bar{X}} \cdot 100\%$
0,203	0,0036	0,002	0,203 \pm 0,002	1,3

Предлагаемый метод внедрен в производство для контроля содержания остаточного мономера (хлоропрена) в латексе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Н. А. Фермор, С. М. Минц, Бюллетень по обмену опытом в промышленности синтетического каучука и синтетического спирта, 1958, 11, 62—68.
2. R. G. Rowe, C. C. Furnac, H. Bliss, Anal. Chem., 16, 371 (1944)
3. F. E. Critchfeld, G. L. Funk, Anal. Chem., 28, 76 (1956).
4. R. J. Lacoste, J. Rosenthal, C. H. Schmittinger, Anal. Chem., 28, 983 (1956).
5. O. Tweet, W. K. Miller, Anal. Chem., 35, 852 (1963).
6. Р. В. Панова, Г. А. Белова, Г. С. Лаврушина, Промышл. СК, ЦНИИТЭнефтехим, М., № 1, 21 (1969).
7. А. Г. Сукиасян, Ж. В. Буниатянц, С. А. Гнугина, Промышл. СК, ЦНИИТЭнефтехим, М., № 5, 13 (1976).
8. К. Доерфель, Статистика в аналитической химии, Изд. «Мир», М., 1969, стр. 111.