



УДК 543.544.5.068.7

Совместное определение фенольных антиоксидантов в дициклопентадиене

Заманова М.К., Крутась Д.С., Куцук В.И., Бондалетов В.Г., Русаков Д.А.

ФГАОУ ВО Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск

Поступила в редакцию 06.04.2015 г.

Разработан способ определения антиоксидантов при помощи обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с УФ-детектированием с применением метода внутреннего стандарта для количественного определения веществ в дициклопентадиене стабилизированном. Разделение анализируемых соединений проводили на колонке ZORBAX Eclipse XDB-C18 (150×4,5 мм, 5,0 мкм) с применением градиентного режима элюирования растворителями вода, ацетонитрил и изопропанол. Исследования пригодности хроматографической системы показали, что подобранные условия обеспечивают высокую эффективность и специфичность разделения анализируемых веществ, установлены параметры линейности, правильности и сходимости. Разработанный способ определения фенольных антиоксидантов в дициклопентадиене может применяться в качестве аналитической техники для рутинных измерений в научных и промышленных лабораториях.

Ключевые слова: дициклопентадиен, фенольные антиоксиданты, высокоэффективная жидкостная хроматография, метод внутреннего стандарта.

Simultaneous determination of phenolic antioxidants in dicyclopentadiene

Zamanova M.K., Krutas D.S., Kucuk V.I. Bondaletov V.G., Rusakov D.A.

National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk

Polydicyclopentadiene is generally a highly crosslinked polymer of high toughness formed by a ring-opening metathesis polymerization (ROMP) with ruthenium-based catalysts (Grubbs' catalysts) of its precursor dicyclopentadiene (DCPD). During operation, storage or transportation the DCPD is exposed to air oxidation, photo-oxidation, thermal influence. DCPD oxides are a poison for ruthenium catalyst and in the big amounts can deactivate it. Antioxidants are incorporated into monomers to prevent oxidation, to prevent degradation of polymers by ultraviolet light, heat, and oxygen; to aid in the processing of polymers; and to save the physical properties of polymers. Study was carried out to develop a simple, rapid and effective method for quantitative analysis of phenolic antioxidants in the DCPD and composite monomer based on it.

To estimate system suitability, different solvents in various ratios were tested and it was found that using water, acetonitrile and isopropanol as a mobile phase is optimal and provides effective separation. The separation was performed on a column ZORBAX Eclipse XDB-C18 (150×4.5 mm, 5.0 μm) at a flow-rate 1.0 mL/min. The determination was performed with a UV-Vis detector at 276 nm. The volume of the injected sample was 20 μL. The method is linear for all compounds over the concentration range tested, and shows good precision and accuracy. Recovery studies showed good results for all substances (96–104%). A new method for simultaneous determination including BHT, Irganox-3114, Irganox-1010, Irgafos-168-F, Irganox-1076 and Irgafos-168 in the DCPD of antioxidants was developed using reverse-phase high performance liquid chromatography. The method was validated with respect to system suitability, accuracy, precision, linearity and repeatabilities within day and between days and satisfactory results were obtained. The proposed method can be recommended to apply for the routine determination of these compounds both in scientific and commercial laboratories.

Keywords: dicyclopentadiene, phenolic antioxidants, high performance liquid chromatography, ISTD calculation.

Введение

Одним из наиболее рациональных и наукоемких путей применения дициклопентадиена (ДЦПД), является его метатезисная полимеризация с использованием катализаторов Ховейды-Граббса [1,2], в результате которой образуется полидициклопентадиен (ПДЦПД) – термореактивный полимер с уникальными потребительскими свойствами: низкой плотностью, высокой прочностью, устойчивостью при высоких и низких температурах, стойкостью к воздействию химических реагентов [3]. ДЦПД, входящий в основные фракции продуктов пиролиза нефти, обладает системой двойных связей и напряженных циклов и является весьма реакционноспособным соединением и с легкостью вступает в реакции присоединения, в том числе с кислородом и пероксидами [4]. Присоединяя кислород, ДЦПД теряет свою способность к полимеризации вследствие насыщения двойных связей, поэтому хранение этого мономера приводит или к потере возможности последующей полимеризации или же увеличенному расходу катализатора. Есть несколько путей решения данной проблемы – первым и наиболее очевидным является хранение ДЦПД в инертной атмосфере (азот, аргон и т.д.), что позволяет сохранять мономер длительное время в стабильном состоянии. Вторым способом является введение в мономер антиоксидантов, предотвращающих окисление. Добавление антиоксидантов в мономерную композицию предотвращает образование окислов ДЦПД, что, в конечном счете, положительно сказывается на физико-механических свойствах полимера. Традиционные системы стабилизации полиолефинов, как правило, основаны на комбинации фенольного антиоксиданта с фосфитным или сульфидным термостабилизатором, что часто приводит к увеличению их эффективности – синергизму [5].

Определение концентрации антиоксидантов в мономерах и полимерах сложная задача, связанная с использованием дополнительных операций, таких как измельчение, экстракция, эффективное разделение компонентов смеси, чувствительность метода [6]. Идентификацию антиоксидантов в различных полимерах проводят в основном методом масс-спектрометрии высокого разрешения [7,8]. Также для определения стабилизаторов используют ИК-спектроскопию, в этом случае определение проводят напрямую, без применения экстракции [9,10]. Однако определению фенольных антиоксидантов методом ИК-спектроскопии может помешать наличие больших количеств других добавок в образце, таких как пигменты, пластификаторы, нуклеирующие добавки или наполнитель. Количественное определение антиоксидантов выполняют, в основном, хроматографическими методами. Так, авторы [11] предлагают высокотемпературный газохроматографический метод с пламенно-ионизационным детектированием. Большую популярность приобрели методы анализа с предварительной дериватизацией веществ, с последующим газохроматографическим определением [12,13]. Но наибольшее распространение получил метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием масс-спектрометрического, УФ-детектора, либо детектора по светорассеянию. Метод ВЭЖХ применим для значительно более широкого круга веществ, чем газовая хроматография, поскольку позволяет производить разделение, детектирование, измерение концентрации веществ с высокой молекулярной массой, нестабильных и

нелетучих соединений, так как анализ проводится обычно при комнатной температуре [14-20].

Целью настоящей работы явилось разработка простого и эффективного способа количественного определения методом ВЭЖХ антиоксидантов фенольного типа в дициклопентадиене и композиционном мономере на его основе.

Эксперимент

Аппаратура и условия хроматографического анализа. Определение антиоксидантов в дициклопентадиене проводили методом обращено-фазной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), при этом использовали жидкостной хроматограф YL9100 (YoungLin Clarity, Южная Корея) с УФ-спектрофотометрическим детектором YL9120 UV/Vis, оснащенным дегазатором YL9101, 4-канальным насосом YL9110, термостатом колонок YL9131, устройством для ручного ввода пробы Rheodyne 9725i и колонкой ZORBAX Eclipse XDB-C18 (размер 150×4,5 мм, 5,0 мкм). Подвижная фаза: вода, ацетонитрил и изопропанол. Объемная скорость элюирования 1,0 мл/мин, температура термостата колонки 50°C, объем пробы 20 мкл, аналитическая длина волны УФ-детектора 276 нм.

Обработку данных осуществляли в среде программы YL Clarity (версия 3.0.4.444) с применением метода внутреннего стандарта для количественного определения веществ в образцах.

Материалы и реактивы. В качестве стандартных веществ для приготовления градуировочных растворов использовали промышленные добавки фирмы BASF: Агидол-1 (ВНТ, 2,6-ди-третбутил-4-метилфенол, CAS No. 128-37-0), Ирганокс-3114 (трис (3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксibenзил) изоцианурат, CAS No. 27676-62-6), Ирганокс-1010 (пентаэритрита тетраakis (3,5-ди-трет-бутил-4-гидрокси-гидроциннамат), CAS No. 6683-19-8), Иргафос-168 (три(2,4-ди-третбутилфенил) фосфит, CAS No. 31570-04-4), Ирганокс-1076 (октадецил 3- (3,5-ди-трет-бутил-4-гидроксифенил) пропионат CAS No. 2082-79-3), Иргафос-168-Ф (три(2,4-ди-третбутилфенил) фосфат, CAS No. 95906-11-9), перегнанный дициклопентадиен Aldrich (CAS No. 77-73-6), в качестве внутреннего стандарта использовали диоктилфталат (ДОФ, ди-2-этилгексильный эфир ортофталевой кислоты CAS No. 117-81-7). Растворители, применяемые в работе были качества чистоты «для ВЭЖХ»: ацетонитрил и изопропанол фирмы Biosolve (Нидерланды), вода дистиллированная и деминерализованная системой очистки АНДРОНА.

Обсуждение результатов

На первом этапе разработки способа количественного определения фенольных антиоксидантов в ДЦПД представляло интерес подобрать оптимальную подвижную фазу (элюент) и условия хроматографирования. В результате анализа литературных источников было установлено, что наиболее часто при ВЭЖХ-анализе антиоксидантов в качестве подвижной фазы используется ацетонитрил и вода. В качестве исходных данных были взяты условия хроматографирования, описанные в ASTM D6042-09 [15] (табл. 1, метод 1) и авторами Marcato В. и Vianello М. [20] (табл. 1, метод 2). При выполнении исследований важным являлось и экономия растворителей, вследствие чего достигалась цель сократить время анализа при сохранении высокой эффективности разделения. В исследованиях использовали

скорость потока 1 мл/мин, температуру термостата 50°C и длину волны УФ-детектора 276 нм.

Таблица 1. Состав подвижных фаз и время хроматографирования исследуемых методов ВЭЖХ-разделения фенольных антиоксидантов

Время, мин	Вода, % об.	Ацетонитрил, % об.	Изопропанол, % об.
Метод 1			
0.0	25	75	0
5.0	0	100	0
15.0	0	100	0
15.1	25	75	0
20.0	25	75	0
Метод 2			
0.0	12	88	0
0.1	5	65	30
10.0	0	65	35
18.0	0	65	35
Метод 3			
0.0	30	50	20
14.0	0	40	60
16.0	0	40	60
16.1	30	50	20
21.0	30	50	20

В результате проведенных исследований установлено, что использование двухкомпонентной элюирующей системы вода-ацетонитрил (метод 1) приводит к увеличению времени удерживания веществ, хроматограмма представлена на рис. 1. Из хроматограммы следует, что происходит размытие пиков Ирганокс-1010 и Иргафос-168-Ф, а антиоксидант с длинным алкильным радикалом Ирганокс-1076 не вымывается из колонки, что свидетельствует о том, что условия метода 1 не позволяют реализовать полный выход из колонки малополярных веществ, в том числе и компонентов ДЦПД.

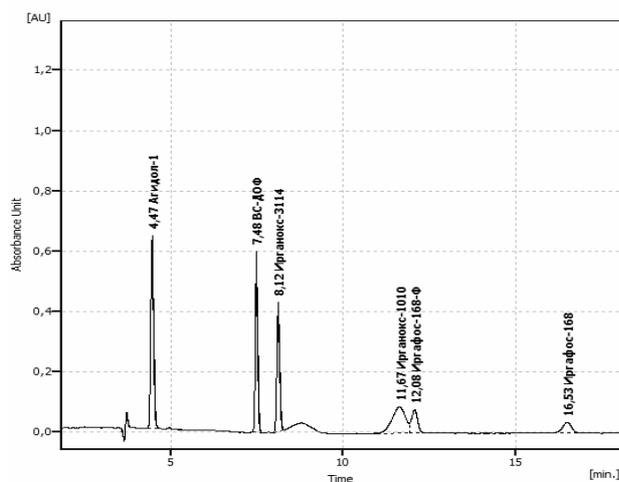


Рис. 1. ВЭЖХ-хроматограмма, полученная при разделении антиоксидантов в хроматографических условиях метода 1.

Добавление изопропанола в количестве 30-35% (метод 2) приводит к быстрому выходу анализируемых веществ из колонки, в результате пики внутреннего стандарта ДОФ и Ирганокс-3114 практически неразделимы (рис. 2).

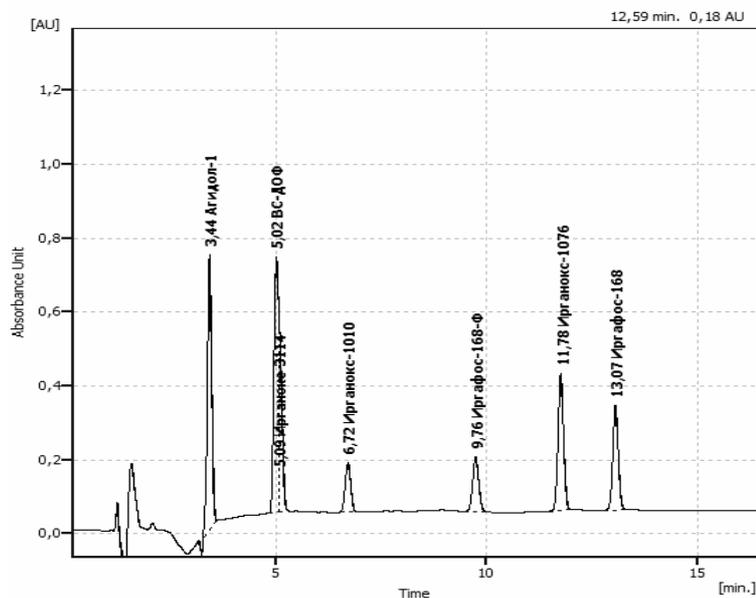


Рис. 2. ВЭЖХ-хроматограмма, полученная при разделении антиоксидантов в хроматографических условиях метода 2.

Варьируя содержанием ацетонитрила, изопропанола и воды было установлено, что градиентное повышение содержания последнего до 60% в течение 14 мин способствует лучшему разделению и полному выходу всех компонентов анализируемой смеси за время анализа 20 мин (рис. 3). Подобранные условия анализа представлены в табл. 1, метод 3.

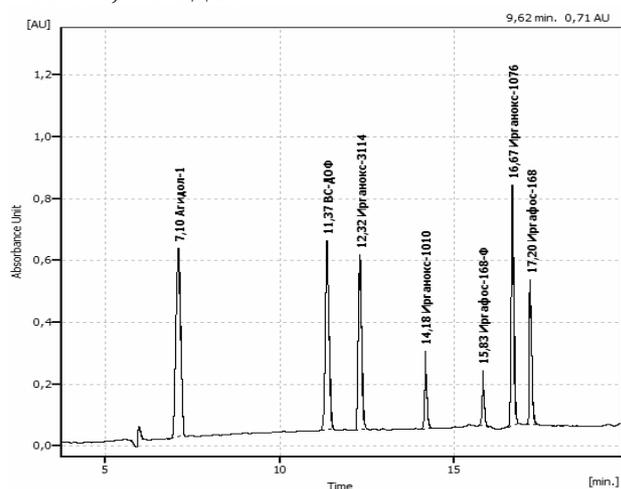


Рис. 3. ВЭЖХ-хроматограмма, полученная при разделении антиоксидантов в хроматографических условиях метода 3.

Пригодность хроматографической системы оценивали по соответствующим параметрам: времени удерживания t_R (мин), полушириной пика $W_{0.5}$ (мин) в сравнении с высотой пика h (mV), коэффициенту асимметрии пиков T , разрешению пиков R_s , эффективности хроматографической колонки (количество теоретических тарелок N), значению относительного стандартного отклонения для площади хроматографических пиков ($Sr(\text{Area})$, %) и для времени удерживания ($Sr(t_R)$, %). В

табл. 2 представлены основные характеристики выбранного метода анализа. Расчет параметров хроматографической системы проводили для пиков антиоксидантов, полученных при анализе раствора с концентрацией 150 мкг/мл.

Таблица 2. Оценка пригодности хроматографической системы

Антиоксидант	t_R , мин.	$W_{0.5}$	h , мВ	T	R_s	N	$Sr(\text{Area})$, %	$Sr(t_R)$, %
Агидол-1	7.20	0.15	57.4	1.00	---	12800	0.5	0.2
ДОФ	11.49	0.12	55.8	1.00	18.72	51000	1.0	0.1
Ирганокс-3114	12.36	0.11	48.6	1.07	4.48	70000	0.8	0.2
Ирганокс-1010	14.23	0.10	21.2	1.15	10.51	112200	0.6	0.1
Иргафос-168-Ф	15.96	0.09	15.2	1.08	10.40	151000	0.6	0.1
Ирганокс-1076	16.87	0.09	64.0	1.08	5.73	194600	0.8	0.2
Иргафос-168	17.41	0.09	38.6	1.12	3.50	193000	0.8	0.1

Хроматограмма раствора антиоксидантов с концентрациями 150 мкг/мл представлена на рис. 3. Качественную идентификацию проводили путем сопоставления времен удерживания и УФ-спектра анализируемых соединений.

Согласно приведенным в табл. 2 данным, значения коэффициентов разрешения R_s для двух соседних пиков указывает на хорошее разделение соответствующих веществ. Коэффициент асимметрии T находится в рекомендуемых пределах и близок по значению к единице, в то же время и значения полуширин $W_{0.5}$ не превышают 0.15 мин при достаточной высоте, что свидетельствует о правильной форме пиков.

Для подтверждения специфичности получены хроматограммы раствора нестабилизированного ДЦПД в изопропанолe с добавлением внутреннего стандарта. На хроматограмме отсутствуют пики, совпадающие по времени удерживания с анализируемыми веществами, что позволяет применять данную хроматографическую систему для количественного определения фенольных антиоксидантов.

Для определения линейности проводили анализ градуировочных растворов фенольных антиоксидантов в присутствии внутреннего стандарта. Стандартный раствор анализируемых веществ с концентрацией 500 мкг/мл готовили растворением в изопропанолe чистых веществ. Градуировочные растворы готовили смешиванием и разбавлением в изопропанолe стандартного раствора антиоксидантов с дициклопентадиеном. Каждый раствор содержал одинаковое количество внутреннего стандарта 100 мкг/мл диоктилфталата. Уравнения градуировочных зависимостей соотношения площадей пиков от соотношения концентраций антиоксиданта к внутреннему стандарту и коэффициенты корреляции для диапазона определяемых концентраций 20÷250 мкг/мл рассчитаны по методу наименьших квадратов и приведены в табл. 3.

Таблица 3. Определение линейности

Антиоксидант	Уравнение градуировочной зависимости $y=ax+b$	Коэффициент корреляции, R^2
Агидол-1	$y=2.70x+0.08$	0.9993
Ирганокс-3114	$y=1.59x+0.04$	0.9992
Ирганокс-1010	$y=1.76x+0.06$	0.9992
Иргафос-168-Ф	$y=0.95x+0.01$	0.9990
Ирганокс-1076	$y=1.06x+0.03$	0.9995
Иргафос-168	$y=0.63x-0.02$	0.9957

Установлено, что в заданной области концентраций градуировочные зависимости соотношения площадей пиков от соотношения концентраций антиоксиданта к внутреннему стандарту имеют линейный характер. Коэффициенты корреляции более 0,995%, что позволяет использовать данный способ для количественного определения фенольных антиоксидантов в ДЦПД в данном диапазоне концентраций.

Повторяемость (внутреннюю прецизионность) и воспроизводимость (промежуточную прецизионность) устанавливали путем анализа раствора антиоксидантов с концентрацией 150 мкг/мл в течение трех дней. Полученные результаты статистически эквиваленты, а относительная погрешность определения в первый, второй и третий дни анализа находится в диапазоне от 0.8 до 0.9 %. Оценку правильности проводили методом «введено-найдено» т.е. путем определения концентрации антиоксидантов в модельных образцах стабилизированного ДЦПД с известным содержанием анализируемых веществ.

Приготовление раствора исследуемой модельной смеси для ВЭЖХ-анализа: к 100 мг образца стабилизированного ДЦПД добавляли 5 мл раствора внутреннего стандарта ДОФ с концентрацией 100 мкг/мл, тщательно перемешивали и анализировали.

Содержание антиоксиданта в ppm (масс.) в дициклопентадиене рассчитывали по уравнению:

$$\omega(AO) = \left(\frac{S(AO)}{S(BC)} - b \right) \cdot \frac{C(BC)}{a} \cdot \frac{V_p(BC)}{m(\text{ДЦПД})} \cdot 10^6$$

где $w(AO)$ – содержание антиоксиданта в ДЦПД, ppm (масс.); $C(BC)$ – концентрация раствора внутреннего стандарта, мкг/мл; $S(AO)$ – площадь пика антиоксиданта, $S(BC)$ – площадь пика внутреннего стандарта; a – линейный коэффициент уравнения калибровочной кривой, b – постоянный коэффициент уравнения калибровочной кривой; $V_p(BC)$ – объем раствора внутреннего стандарта, мл; $m(\text{ДЦПД})$ – навеска образца стабилизированного дициклопентадиена, взятого для анализа; 10^6 – коэффициент перевода массовых долей в миллионные доли (ppm).

Таблица 4. Оценка правильности (n=6, p=0.95)

Антиоксидант	Введено, ppm (масс.)	Найдено, ppm (масс.)	Правильность, %	S_r , %
Агидол-1	1300	1263±32	97.2	0.3
	2700	2670±14	98.9	0.5
Ирганокс-3114	1100	1079±13	98.1	1.2
	3000	2955±25	98.5	0.8
Ирганокс-1010	1000	975±10	97.5	1.0
	2500	2457±26	98.3	1.1
Иргафос-168-Ф	900	932±19	103.6	2.1
	2000	2048±45	102.4	2.2
Ирганокс-1076	1100	1074±8	97.6	0.8
	3000	2943±41	98.1	1.4
Иргафос-168	1400	1356±52	96.7	3.8
	2300	2212±75	96.2	3.4

Согласно полученным результатам (Таблица 4) правильность находится в пределах от 96,2 до 103,6%. Для антиоксиданта Иргафос-168 характерны заниженные значения, вероятнее всего это связано с процессом окисления Иргафос-

168 до Иргифос-168-Ф, для которого, в свою очередь, наблюдаются слегка завышенные значения этого критерия.

Заключение

Разработан способ, позволяющий совместно идентифицировать и количественно определять Агидол-1, Ирганокс-3114, Ирганокс-1010, Иргифос-168-Ф, Ирганокс-1076 и Иргифос-168 в стабилизированном дициклопентадиене методом ВЭЖХ-УФ на колонке ZORBAX Eclipse XDB-C18 (размер 150×4.5 мм, 5.0 мкм) при использовании трехкомпонентной подвижной фазы в качестве элюента.

Подобраны оптимальные условия хроматографирования, позволяющие эффективно разделять анализируемые вещества, длительность анализа 20 мин. Установлены параметры правильности, повторяемости, воспроизводимости и линейности разработанного способа. Предлагаемый способ характеризуется высокой эффективностью, хорошей разрешающей способностью и избирательностью.

Разработанный способ может быть рекомендован для количественного определения фенольных антиоксидантов в диапазоне определяемых концентраций 250-3500 ppm в дициклопентадиене и композиционном мономере на его основе с погрешностью не более 4,0 %.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФГАОУ ВО НИ Томский политехнический университет (проект ВИУ_ИПР_110_2014) и гранта «УМНИК» №1890ГУ1/2014

Список литературы

1. Ashirov R.V., Zemlyakov D.I., Lyapkov A.A. et al. // *Kinetics and Catalysis*. 2013. Vol. 54. No. 4. pp. 469–474.
2. Ivin K.J., Mol J.C. Olefin metathesis and metathesis polymerization. San Diego: Academic Press. 1997. 472 p.
3. Vervacke D. An introduction to PDCPD. Waarschoot: Product Rescue. 2008. 129 p.
4. Ruihua Gao, Quanjing Zhu, Wei-Lin Dai, et al. // *RSC Adv*. 2012. Vol. 2. pp. 6087-6093.
5. Jonge C. // *Pure & Appl. Chem*. 1983. Vol. 55. pp. 1637-1650.
6. Bolgar M., Hubball J., Groeger J. Handbook for the chemical analysis of plastic and polymer additives. Taylor & Francis Group. 2008. 510 p.
7. Haunschmidt M., Klampfl C., Buchbergera W. et al. // *Analyst*. 2010. Vol. 135. pp. 80-85.
8. Chen S.W., Her G.R. // *Appl. Spectrosc*. 1993. Vol. 47. No 6. pp. 844-851.
9. Werner W. Müller, Ines Jakob, Chunshan Li. // *Chinese Journal of Polymer Science*. 2009. Vol. 27. No 3. pp. 435-445.
10. Ruvolo-Filho A., Alonso Pelozzi T.L. // *Polímeros*. 2013. Vol. 23. No 5. pp. 614-618.
11. Sjaak de Koning, Mitsuhiro Kurano, Hans-Gerd Janssen, Udo A.Th. Brinkman // *J. of Chrom. A*. 2003. Vol. 1023. pp. 165-174.
12. Keiichiro K., Toshio Yo., Yoshihiko T. // *Analyst*. 2000. Vol. 125. pp. 465-468.
13. Farajzadeh M., Goushjuui L., Farsibaf M.M. // *Microchim. Acta*. 2008. Vol. 160. pp. 179-183.
14. Dae Hoon Jeona, Gun Young Parka, In Shin Kwak. // *LWT*. 2007. Vol. 40. pp. 151-156.
15. ASTM D6042-09. Standard Test Method for Determination of Phenolic Antioxidants and Erucamide Slip Additives in Polypropylene Formulations Using Liquid Chromatography (LC) Plastics (III). 2009. Vol. 08.03.
16. Dhoot G., Auras R., Rubino M. et al. // *Polymer*. 2009. Vol. 50. No 6. pp. 1470-1482.
17. Dopico-García M.S., López J.M., Bouza R. // *Anal. Chim Acta*. 2004. Vol. 521. No 2. pp. 179-188.
18. Sobhi H.R., Kashtiaray A., Farahani H. // *J. Sep. Sc*. 2011. Vol. 34. pp. 77-82.
19. Munteanu D, Isfan A, Isfan C. // *Chrom*. 1987. Vol. 23. No 1. pp. 7-14.

20. Marcato B., Vianello M. // *J.Chrom.A.* 2000. Vol. 869. pp. 285-300.

References

1. Ashirov R.V., Zemlyakov D.I., Lyapkov A.A. et al., *Kinetics and Catalysis*, 2013, Vol. 54, No 4, pp. 469-474.
2. Ivin K.J., Mol J.C., Olefin metathesis and metathesis polymerization, San Diego: Academic Press, 1997, 472 p.
3. Vervacke D., An introduction to PDCPD., Waarschoot: Product Rescue, 2008, 129 p.
4. Ruihua Gao, Quanjing Zhu, Wei-Lin Dai et al., *RSC Adv*, 2012, Vol. 2, pp. 6087-6093.
5. Jonge C., *Pure & Appl. Chem.*, 1983, Vol. 55, pp. 1637-1650.
6. Bolgar M., Hubball J., Groeger J., Handbook for the chemical analysis of plastic and polymer additives, Taylor & Francis Group, 2008, 510 p.
7. Haunschmidt M., Klampfl C., Buchbergera W. et al., *Analyst*, 2010, Vol. 135, pp. 80-85.
8. Chen S.W., Her G.R., *Appl. Spectrosc.*, 1993, Vol. 47, No 6, pp. 844-851.
9. Werner W. Müller, Ines Jakob, Chunshan Li., *Chinese Journal of Polymer Science*, 2009, Vol. 27, No 3, pp. 435-445.
10. Ruvolo-Filho A., Alonso Pelozzi T.L., *Polímeros*, 2013, Vol. 23, No 5, pp. 614-618.
11. Sjaak de Koning, Mitsuhiro Kurano, Hans-Gerd Janssen, Udo A.Th. Brinkman, *J. of Chrom. A.*, 2003, Vol. 1023, pp. 165-174.
12. Keiichiro K., Toshio Yo., Yoshihiko T., *Analyst*, 2000, Vol. 125, pp. 465-468.
13. Farajzadeh M., Goushjuii L., Farsibaf M.M., *Microchim. Acta*, 2008, Vol. 160, pp. 179-183.
14. Dae Hoon Jeona, Gun Young Parka, In Shin Kwak, *LWT*, 2007, Vol. 40, pp. 151-156.
15. ASTM D6042-09. Standard Test Method for Determination of Phenolic Antioxidants and Erucamide Slip Additives in Polypropylene Formulations Using Liquid Chromatography (LC) Plastics (III), 2009, Vol. 08.03.
16. Dhoot G., Auras R., Rubino M. et al., *Polymer.*, 2009, Vol. 50, No 6, pp. 1470-1482.
17. Dopico-García M. S., López J. M., Bouza R., *Anal. Chim Acta*, 2004, Vol. 521, No 2, pp. 179-188.
18. Sobhi H.R., Kashtiaray A., Farahani H., *J. Sep. Sc.*, 2011, Vol. 34, pp. 77-82.
19. Munteanu D, Isfan A, Isfan C., *Chrom.*, 1987, Vol. 23, No 1, pp. 7-14.
20. Marcato B., Vianello M., *J.Chrom.A.*, 2000, Vol. 869, pp. 285-300.

Заманова Маргарита Каримовна – м.н.с., Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Институт природных ресурсов, кафедра технологии органических веществ и полимерных материалов, Томск

Крутась Дарья Сергеевна – аспирант, Национальный исследовательский Томский Политехнический университет, Институт природных ресурсов, кафедра технологии органических веществ и полимерных материалов, Томск

Куцук Виорика Ивановна – студент, Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Институт природных ресурсов, кафедра технологии органических веществ и полимерных материалов, Томск

Бондалетов Владимир Григорьевич – д.т.н., доцент, Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Институт природных ресурсов, кафедра технологии органических веществ и полимерных материалов, Томск

Русakov Дмитрий Александрович – инженер, Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Институт природных ресурсов, кафедра технологии органических веществ и полимерных материалов, Томск

Zamanova Margarita Karimovna – junior researcher, National Research Tomsk Polytechnic University, Institute of National Resources, Department of Technology of Organic Substances and Polymer Materials, Tomsk, e-mail: m.k.zamanova@gmail.com

Krutas Darya Sergeevna – PhD student, National Research Tomsk Polytechnic University, Institute of National Resources, Department of Technology of Organic Substances and Polymer Materials, Tomsk, e-mail: krutas@tpu.ru

Kucuk Viorika Ivanovna – student, National Research Tomsk Polytechnic University, Institute of National Resources, Department of Technology of Organic Substances and Polymer Materials, Tomsk, e-mail: viorika_1992@bk.ru

Bondaletov Vladimir Grigoryevich – Dr.Sc.Techn., associate professor, National Research Tomsk Polytechnic University, Institute of National Resources, Department of Technology of Organic Substances and Polymer Materials, Tomsk, e-mail: bondaletovvg@mail.ru

Rusakov Dmitrii Aleksandrovich - engineer, National Research Tomsk Polytechnic University, Institute of National Resources, Department of Technology of Organic Substances and Polymer Materials, Tomsk, e-mail: rusakovdax@gmail.com