

## STANOVENIE REZÍDIÍ VINYL- CHLORIDU V POLYVINYLCHLORIDE PLYNOVOU CHROMATOGRAFIOU S PLAMEŇOVOIONIZAČNÝM DETEKTOROM A DÁVKOVANÍM PÁR STATICOU METÓDOU

PAVEL MÁJEK<sup>a</sup>, JÁN KRUPČÍK<sup>a</sup>, AYŞEGÜL  
KOÇER<sup>b</sup> a MÜGE GÖKDERE<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Ústav analytickej chémie, Fakulta chemickej a  
potravinárskej technológie, STU, Radlinského 9, 812 37  
Bratislava, Slovensko, <sup>b</sup> Refik Saydam Hifzisiyya Merkezi,  
Çevre Referans Laboratuvarı, Haymana Yolu, Gölbaşı,  
06830 Ankara, Turkey  
jan.krupcik@stuba.sk

Došlo 9.2.09, prepracované 2.6.09, prijaté 24.6.09.

Kľúčové slová: statická metóda headspace, kapilárna ply-  
nová chromatografia, stanovenie rezidií vinylchloridu  
v PVC

### Úvod

Polyvinylchlorid (PVC) patrí medzi najčastejšie vyrá-  
bané polyméry. Používa sa na výrobu rôznych produktov,  
ako sú podlahové krytiny, okenné rámy, plastické časti  
zariadení na spracovanie potravín, obalové materiály,  
ochranné rukavice a hračky. V zdravotníctve sa z PVC  
vyrábajú zdravotnícke pomôcky (napr. rúrky používané pri  
transfúzií krvi a krvné vaky). V potravinárstve sa z PVC  
vyrábajú obalové materiály a fľaše, ktoré sú v bezprostred-  
nom styku s potravinami. Základným problémom využitia  
PVC v potravinárstve a zdravotníctve je migrácia rezidií  
vinylchloridu (VC), ktorý má karcinogénne účinky, zo  
zdravotníckych pomôcok do krvi a z obalov do potravín.  
V PVC, ktorý sa používa tak na výrobu produktov  
v zdravotníctve, ako aj potravinárstve, sa monitoruje  
množstvo reziduálneho monoméru vinylchloridu, ktoré  
nesmie presiahnuť 1 ppm. Na stanovenie množstva vinyl-  
chloridu (VC) v PVC používaného na výrobu produktov,  
ktoré sú v bezprostrednom styku s potravinami alebo sa  
používajú na výrobu zdravotníckych pomôcok, sa využíva-  
jú oficiálne analytické metódy<sup>1,2</sup>, ktorých princípy sú rov-  
naké ako v metódach EPA<sup>3</sup> a ASTM<sup>4</sup>. Pri týchto postu-  
poch sa pary vinylchloridu dávkujú do chromatografickej  
kolóny metódou „static headspace“ (SHS), separujú plyno-  
vou chromatografiou (GC) v náplňovej alebo kapilárnej  
kolóne a separované zložky sa detegujú plameňovoioni-  
začným detektorom (FID). Návažok práškového PVC  
s definovaným objemom vysokovriaceho rozpúšťadla sa

v uzatvorenej vialke zohreje na vhodnú teplotu. Po ustálení  
rovnováhy medzi kvapalnou a parnou fázou sa alikvótna  
časť pár z vialky (z „headspace“ priestoru) nadávkuje do  
kolóny naplnenej vhodnou stacionárnou fázou. Zloženie  
efluentu vytekajúceho z chromatografickej kolóny sa mo-  
nitoruje FID.

V novších SHS-GC systémoch sa „headspace“ vialka  
so vzorkou a vysokovriacim rozpúšťadlom zahrieva na  
požadovanú teplotu vo zvláštnom termostate. Na dávkova-  
nie pár VC sa používajú automatické dávkovače. Na sepa-  
ráciu VC od interferujúcich zložiek sa v súčasnosti použí-  
vajú najmä kapilárne kolóny s polymérnou fázou, ktorá je  
zachytená na vnútorných stenách kapiláry (porous layer  
open tubular column – PLOT). Ak sa na analýzu použije  
vzorka o hmotnosti 0,2 g PVC, metóda SHS-GC-FID  
umožňuje stanoviť 0,4 ppm rezidií VC v PVC.

Na stanovenie hmotnostných pomerov VC v PVC  
v ppb sa využíva metóda „dynamic headspace“ (DHS)<sup>5,6</sup>,  
metóda „purge and trap“ (PT)<sup>5</sup> a mikroextrakcia tuhou  
fázou (solid phase microextraction – SPME)<sup>7,8</sup>. Na detek-  
ciu VC v efluente z chromatografickej kolóny sa popri FID  
používa aj detektor elektrónového záchytu (ECD) a hmot-  
nostný spektrometer (MS)<sup>9</sup>.

V tomto článku sa popisuje jednoduchá metóda na  
stanovenie 0,1–10 ppm rezidií VC v práškovom PVC  
spojením kapilárnej GC-FID s dávkovaním pár metódou  
SHS automatickým dávkovačom. Vypracovaná metóda sa  
overila stanovením VC v PVC, ktorý sa používa na výrobu  
zdravotníckych pomôcok a v potravinárstve na výrobu  
obalov a fliaš, kde maximálny hmotnostný pomer rezidií  
VC v PVC nesmie byť väčší než 1 ppm (cit.<sup>1,2</sup>).

### Experimentálna časť

#### Prístroj

Na stanovenie rezidií VC v PVC sa využila kombiná-  
cia plynového chromatografu Varian 3800 GC/FID  
(Varian A.G., Switzerland) so „static headspace“ dávkova-  
čom Combi PAL (CTC Analytics AG, Zwingen, Switzer-  
land). Na separáciu vinylchloridu od matricových zložiek  
v parách sa využila kremenná kapilárna kolóna CP-  
PoraBOND Q (Varian Inc., Part No.CP7351) o dĺžke 25 m  
a vnútornom priemere 0,32 mm s 5 µm hrúbkou vrstvy  
styrén-divinylbenzénového polyméru zachyteného na vnú-  
torných stenách kapiláry.

#### Experimentálne podmienky

Na stanovenie množstva VC v parách nad suspenziou  
PVC v dimetylacetamide (DMA) (v priestore  
„headspace“) sa použili nasledujúce pracovné podmienky:

Teplota „headspace“ vialky 100 ± 1 °C, inkubačný  
čas pred dávkovaním 120 min. Teplota dávkovacej strie-  
kačky 100 °C. Dávkoval sa 1 ml pár do dávkovača pracu-  
júceho ako delič vzorky s deliacim pomerom 1/20, ktorý bol  
vyhriaty na 120 °C. Teplota kolóny sa programovane menila

od 35 °C (2 min) do 270 °C s gradientom 20 °C min<sup>-1</sup> (5 min). Ako nosný plyn sa využilo hélium s prietokom 1,7 ml min<sup>-1</sup>. Teplota FID bola 320 °C. Do FID prúdilo 35 ml min<sup>-1</sup> vodíka, 300 ml min<sup>-1</sup> vzduchu a 30 ml min<sup>-1</sup> dusíka (make-up gas).

#### Chemikálie

Dimetylacetamid (99,9 %) sa získal od firmy Aldrich (Steinheim, Germany).

10 ml „headspace“ vialky so septom (polybutadiénové septum pokryté teflónom) a hliníkovým krimpovacím uzáverom sa získali od firmy Sigma-Aldrich.

#### Príprava štandardných roztokov

*Zásobný referenčný roztok vinylchloridu* v dimetylacetamide (DMA) o koncentrácii 7,47 mg ml<sup>-1</sup> sa pripravil vo Výskumnom ústave pre petrochémiu v Prievidzi sorpciou 0,353 g plynného vinylchloridu v 50,0 ml dimetylacetamidu umiestneného v 50ml sklenej banke odvážením nádoby vrátane septa (polybutadiénové septum pokryté teflónom) a hliníkového krimpovacieho uzáveru.

*Zriedený roztok vinylchloridu* v dimetylacetamide o koncentrácii 73,96 µg ml<sup>-1</sup> sa pripravil zmiešaním 10 µl zásobného referenčného roztoku s 1 ml DMA v 2ml vialke.

*Zásobný referenčný roztok dietyléteri* v dimetylacetamide o koncentrácii 5,00 mg ml<sup>-1</sup> sa pripravil navážením 0,500 g dietyléteri do 100 ml dimetylacetamidu v odmernej banke.

*Zriedený roztok dietyléteri* o koncentrácii 0,500 mg ml<sup>-1</sup> sa pripravil zmiešaním 1 ml zásobného referenčného roztoku s DMA v 10ml odmernej banke.

#### Príprava vzoriek

2,00 ml DMA sa pridalo k 0,2 g PVC prášku odváženého s presnosťou ± 0,1 mg, v 10ml „headspace“ vialke uzavretej silikónovým septom a hliníkovým krimpovacím uzáverom.

#### Tabuľka I

Údaje získané opakovaným stanovením 0,222 µg vinylchloridu

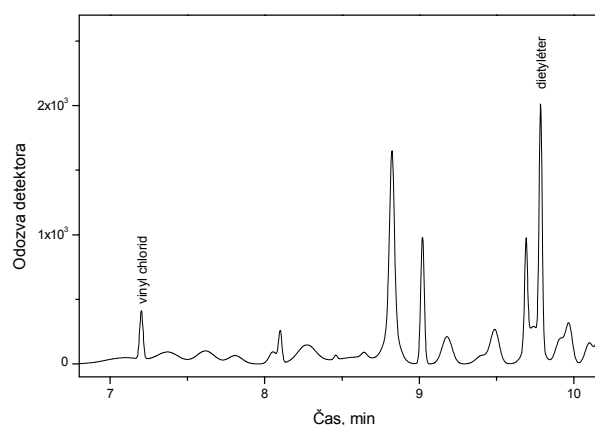
Vialka č.	Elučný čas [min]	Plocha píku VC [mV s]	Hmotnosť VC [µg]
1	7,20	10,7	0,228
2	7,21	10,9	0,233
3	7,21	11,2	0,240
4	7,20	13,4	0,292
5	7,21	11,3	0,242
6	7,20	11,1	0,258
7	7,21	11,4	0,260

#### Stanovenie VC v PVC

K šiestim 10ml „headspace“ vialkám, ktoré obsahovali 2,00 ml DMA a 0,2 g PVC prášku odváženého s presnosťou ± 0,1 mg, sa pridalo rôzne množstvo zriedeného VC (tab. I).

#### Výsledky a diskusia

Na obr. 1 je časť chromatogramu (píky eluujúce medzi 6,8–10,2 min) získaná plynovou chromatografiou dávkaním pár modelovej vzorky (vialka č. 3 v tab. I) metódou „static headspace“. Pík vinylchloridu za daných experimentálnych podmienok eluoval okolo 7,2 min. Na kalibráciu odozvy VC sa do vzorky pridal dietyléter, ktorý sa používa pri stanovení reziduí VC ako vnútorný štandard<sup>1</sup>. Na stanovenie reziduí VC v PVC ho však za daných experimentálnych podmienok nebolo možné využiť vzhľadom na interferencie maticových píkov.



Obr. 1. Časť chromatogramu, ktorý sa získal plynovou chromatografiou s plameňovoionizačným detektorom a dávkaním pár statickou metódou „headspace“, pri analýze vzorky, ktorá obsahovala 0,2 g práškoveho PVC, 2 ml DMA a 0,222 µg vinylchloridu v 10ml „headspace“ vialke

Tabuľka II

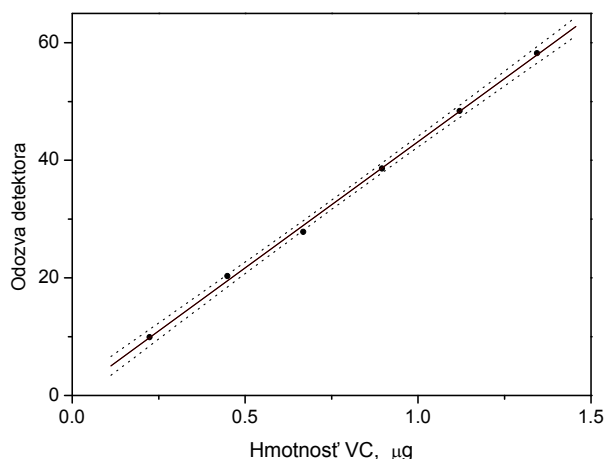
Údaje získané stanovením vinylchloridu v PVC v modelových vzorkách pripravených prídavkom rôznych množstiev VC do 2 ml DMA

Vialka č.	Objem zriedeného roztoku VC [ $\mu\text{l}$ ]	Hmotnosť VC [ $\mu\text{g}$ ]	Elučný čas [min]	Plocha píku VC [mV s]
8	3	0,222	7,20	10,4
9	6	0,444	7,20	20,0
10	9	0,666	7,20	29,1
11	12	0,888	7,20	30,1
12	15	1,110	7,20	48,8
13	18	1,332	7,20	57,2

Opakovateľnosť stanovenia VC daným postupom sa overila stanovením siedmich modelových vzoriek obsahujúcich 0,2 g práškového PVC naváženého s presnosťou  $\pm 0,1$  mg, 2 ml DMA, 3  $\mu\text{l}$  zriedeného roztoku VC (0,222  $\mu\text{g}$ ) a 3 ml zriedeného roztoku dietyléru (1,500  $\mu\text{g}$ ) v 10ml „headspace“ vialke. Hmotnostný pomer VC v PVC bol za týchto podmienok 1,11 ppm.

Údaje získané pre sedem opakovaných meraní sú uvedené v tab. I. Štatistickým spracovaním nameraných údajov sa získali nasledujúce charakteristiky: Priemerný elučný čas pre pík vinylchloridu  $\bar{t}_R = 7,206$  min s odhadom smerodajnej odchýlky  $s = \pm 0,005$  min. Priemerná plocha píku pre vinylchlorid:  $\bar{A}_{VC} = 11,4$  mV s, s odhadom smerodajnej odchýlky  $s_A = \pm 0,9$  mV s. Priemerná hmotnosť VC stanovená z kalibračnej krivky (obr. 2) pre plochy z tab. I:  $\bar{m}_{VC} = 0,244$   $\mu\text{g}$  s odhadom smerodajnej odchýlky  $s_m = \pm 0,026$   $\mu\text{g}$ .

Na obr. 2 je kalibračná krivka s pásmi pre 95% interval spoľahlivosti zostrojená z údajov uvedených v tab. II pre rôzne prídavky zriedeného roztoku VC do 2 ml DMA



Obr. 2. Kalibračná krivka s pásmi pre 95% interval spoľahlivosti zostrojená z údajov uvedených v tab. II pre rôzne prídavky zriedeného roztoku VC do 2 ml DMA v 10ml „headspace“ vialke

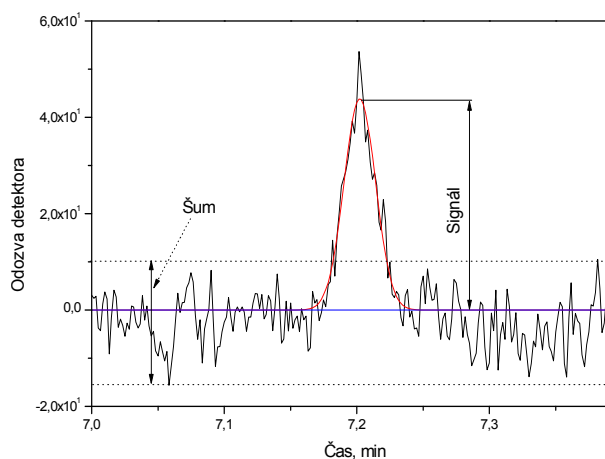
v 10ml „head space“ vialke. Regresnou analýzou údajov uvedených v tab. II sa zistila rovnice kalibračnej krivky:

$$A_{VC} = 0,228 + 42,9 \times m_{VC} \quad (1)$$

s rozptylom  $r^2 = 0,9988$ . V rovnici (1) je  $m_{VC}$  hmotnosť VC v  $\mu\text{g}$  a  $A_{VC}$  plocha píku v mV s.

Z úseku na osi poradníc (0,228 mV s) vyplýva, že stanovenie je zaťažené systematickou chybou. Pri hmotnostnom pomere 1 ppm VC v PVC sa uvedenou metódou stanovuje 0,200  $\mu\text{g}$  VC v 0,200 g PVC. Z rovnice kalibračnej krivky možno vypočítať plochu pre stanovenie 0,200  $\mu\text{g}$  VC (8,8 mV s) a relatívnu systematickú chybu stanovenia tejto hmotnosti VC metódou kalibračnej krivky (2,6 % rel.).

Na obr. 3 je časť chromatogramu, ktorá sa využila na stanovenie pomeru užitočného signálu a šumu pri separácii 0,0222  $\mu\text{g}$  vinylchloridu. Štatistické spracovanie šumu<sup>10</sup> uvedeného na obr. 2 sa využilo na výpočet detekčného limitu (LOD = 0,0025  $\mu\text{g}$  VC, čo zodpovedá hmotnostnému pomeru 0,012 ppm VC v PVC) a limitu stanovenia



Obr. 3. Časť chromatogramu použitá na stanovenie pomeru užitočného signálu a šumu pri separácii 0,0224  $\mu\text{g}$  vinylchloridu

Tabuľka III

Údaje získané stanovením vinylchloridu v PVC vo vzorkách pripravených prídavkom rôznych množstiev VC k suspenzii 0,2 g vzorky PVC v 2 ml DMA

Vialka č.	Objem zriedeného roztoku VC [ $\mu\text{l}$ ]	Hmotnosť VC [ $\mu\text{g}$ ]	Elučný čas [min]	Plocha píku VC [mV s]
14	3	0,222	7,20	9,9
15	6	0,444	7,20	20,3
16	9	0,666	7,21	27,8
17	12	0,888	7,20	38,6
18	15	1,110	7,20	48,4
19	18	1,332	7,21	58,2

Tabuľka IV

Výtťažnosť stanovenia vinylchloridu v PVC vo vzorkách pripravených prídavkom rôznych množstiev VC k suspenzii 0,2 g vzorky PVC v 2 ml DMA

Vialka č.	Objem zriedeného roztoku VC [ $\mu\text{l}$ ]	Hmotnosť VC [ $\mu\text{g}$ ]		Výtťažnosť [%]
		prídavok	experiment	
20	3	0,222	0,129	94,1
21	6	0,444	0,456	102,7
22	9	0,666	0,624	93,7
23	12	0,888	0,890	100,2
24	15	1,110	1,123	101,2
25	18	1,332	1,355	101,7

(LOQ = 0,0083  $\mu\text{g}$  VC, čo zodpovedá hmotnostnému pomeru 0,042 ppm VC v PVC).

Na obr. 4 je uvedená kalibračná krivka s pásmi pre 95% interval spoľahlivosti zostrojená z údajov uvedených v tab. III na stanovenie VC v PVC štandardným prídavkom VC k suspenzii 0,2 g vzorky práškového PVC naváženeho s presnosťou  $\pm 0,1$  mg v 2 ml DMA.

Regresnou analýzou údajov uvedených v tab. III sa zistila rovnica kalibračnej krivky:

$$A_{\text{VC}} = 1,08 + 42,1 \times m_{\text{VC}} \quad (2)$$

s rozptylom  $r^2 = 0,99958$ , odhadom smerodajnej odchýlky úseku na osi poradníc 0,24 mV s a smernice 0,30 mV s  $\mu\text{g}^{-1}$ .

Úsek na osi poradníc (1,08 mV s) a smernica kalibračnej krivky (42,1 mV s  $\mu\text{g}^{-1}$ ) sa využili na stanovenie hmotnosti VC ( $m_{\text{VC}}$ ) vo vzorke PVC:

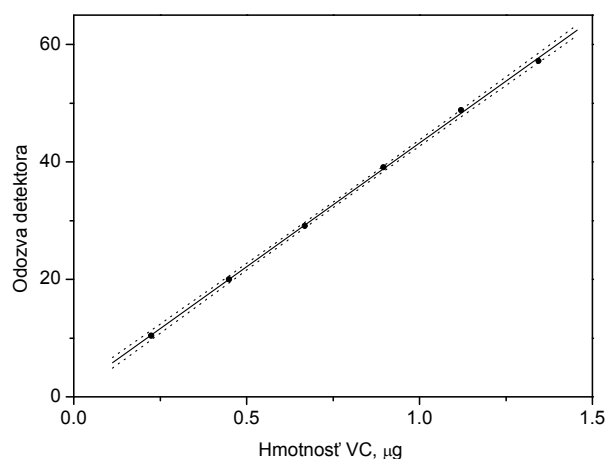
$$m_{\text{VC}} = \frac{1,08}{42,1} = 0,026 \text{ } [\mu\text{g}] \quad (3)$$

Hmotnostný pomer VC v PVC,  $r_{\text{VC/PVC}}$ , sa vypočítal z hmotnosti VC,  $m_{\text{VC}}$ , a navážky PVC,  $n_{\text{PVC}}$ :

$$r_{\text{VC/PVC}} = \frac{m_{\text{VC}} \text{ } [\mu\text{g}]}{n_{\text{PVC}} \text{ } [\text{g}]} \quad (4)$$

Čo pre navážku vzorky PVC,  $n_{\text{PVC}} = 0,200$  g, a hmotnosť VC,  $m_{\text{VC}} = 0,026$   $\mu\text{g}$ , poskytl hmotnostný pomer  $r_{\text{VC/PVC}}$ :

$$r_{\text{VC/PVC}} = \frac{0,026 \text{ } [\mu\text{g}]}{0,200 \text{ } [\text{g}]} = 0,13 \text{ } [\text{ppm}] \quad (5)$$



Obr. 4. Kalibračná krivka s pásmi pre 95% interval spoľahlivosti zostrojená z údajov uvedených v tab. III na stanovenie VC v PVC štandardným prídavkom VC k suspenzii vzorky práškového PVC v 2 ml DMA

Nádváznosť (traceability) metódy, v ktorej sú zahrnuté tak náhodné ako aj systematické chyby merania, sa stanovila meraním vzorky s hmotnostným pomerom 3,0 ppm VC v práškovom PVC, ktorá sa pripravila v Spolane Neratovice a.s. a analyzovala v akreditovanom laboratóriu Spolany metódou “headspace” GC.

V tabuľke V sú údaje pre tri paralelné experimenty, ktoré sa využili na stanovenie nádváznosti merania. Z údajov v tabuľke V sa vypočítala priemerná hmotnosť VC ( $\bar{m}_{VC} = 0,589 \mu\text{g}$ ) a hmotnostný pomer  $r_{VC}$  ( $\bar{r}_{VC/PVC} = 2,98 \text{ ppm VC v PVC}$ ) vo vzorke.

Odhad smerodatnej odchýlky,  $s$ , pre opakovateľnosť troch meraní sa vypočítal podľa Dean-Dixona zo vzťahu<sup>11</sup>:

$$s = k_n \times R \quad (6)$$

kde  $k_n$  je tabelovaný koeficient ( $k_n = 0,591$  pre  $n = 3$  merania) a  $R$  je výberové rozpätie výsledkov (rozdiel najväčšej a najmenej hodnoty).

Odhad smerodatnej odchýlky pre opakovateľnosť merania hmotnosti VC v  $\mu\text{g}$  sa zistil dosadením koeficienta  $k_n = 0,591$  a výberového rozpätia ( $R = 0,658 - 0,542 = 0,116$ ) do rovnice (6):

$$s_{\mu\text{g}} = 0,591 \times 0,116 = 0,069 \mu\text{g} \quad (7)$$

Odhad smerodatnej odchýlky pre opakovateľnosť merania hmotnostného pomeru  $r_{VC/PVC}$  sa zistil obdobne dosadením koeficienta  $k_n = 0,591$  a výberového rozpätia ( $R = 3,29 - 2,71 = 0,58$ ) do rovnice (6):

$$s_{\text{ppm}} = 0,591 \times 0,58 = 0,34 \text{ ppm} \quad (8)$$

Interval spoľahlivosti pri stanovení vzorky, ktorá obsahovala  $r_{VC/PVC} = 3,0 \text{ ppm}$ , sa pre dve stanovenia ( $\bar{r}_{VC/PVC} = 2,98 \text{ ppm}$  zistený experimentálne v tejto práci a  $r_{VC/PVC} = 3,0 \text{ ppm}$  nameraný v akreditovanom laboratóriu Spolany Neratovice) vypočítal podľa Dean-Dixona z rovnice<sup>11</sup>:

$$L_{1,2} = \bar{x} \pm (K_n \times R) \quad (9)$$

kde  $\bar{x}$  je aritmetický priemer oboch stanovení,  $K_n$  je tabelovaný koeficient ( $K_n = 6,4$  pre dve stanovenia a 95% pravdepodobnosť) a  $R$  je výberové rozpätie výsledkov merania. Po dosadení nameraných a tabelovaných hodnôt sa pre 95% pravdepodobnosť zistil interval spoľahlivosti

pre stanovenie hmotnostného pomeru  $r_{VC/PVC}$ :

$$L_{1,2} = 3,0 \text{ ppm} \pm 2,2 \text{ ppm} \quad (10)$$

Chyba stanovenia v rovnici (10) vyjadruje reprodukovateľnosť merania v dvoch laboratóriách a obsahuje tak náhodné ako aj systematické chyby. Za predpokladu, že výsledok z akreditovaného laboratória možno považovať za správny, chyba merania v rovnici (10) je reálnym odhadom rozšírenej neistoty merania.

*Autori ďakujú Dr. F. Halmovi z VÚP v Prievidzi za prípravu referenčného roztoku vinylchloridu v dimetylacetamide a Ing. J. Škrhovej zo Spolany Neratovice a.s. za láskavé poskytnutie vzorky s hmotnostným pomerom 3,0 ppm VC v PVC a analýzu hmotnostného pomeru  $r_{VC/PVC}$ . Práca vznikla za finančnej podpory Vedeckej grantovej agentúry Ministerstva školstva SR a SAV (projekt VEGA 1/0827/08) a Agentúry na podporu výskumu a vývoja (projekt APVV-0319-07).*

#### LITERATÚRA

1. European Pharmacopoeia, Council of Europe, Strasbourg, 6rd ed. 240, Paragraph 1.1.2 (2007). <http://www.booksunlimited.ie/Books/Council-of-Europe/European-Pharmacopoeia-6Th-Edition/9789287160614.htm>, stiahnuté 12. 6. 2009.
2. Potravinový kódex SR 1799/2003 – 100. Príloha č. 7 k piatej hlave druhej časti PK. Metódy stanovenia vinylchloridu. <http://www.svsr.sk/sk/legislativa/kodex/kodex.asp>, stiahnuté 12. 6. 2009.
3. EPA Method 107A: Determination of Vinyl Chloride Content of Solvents; Resin-Solvent Solution, Polyvinyl chloride) Resin, Resin Slurry, Wet Resin and Latex Samples. Fed. Regist. 47(173) (1982). [www.epa.gov/ttn/emc/promgate/m-107a.pdf](http://www.epa.gov/ttn/emc/promgate/m-107a.pdf), stiahnuté 12. 6. 2009.
4. ASTM D3749 - 95 Standard Test Method for Residual Vinyl Chloride Monomer in Poly(Vinyl Chloride) Resins by Gas Chromatographic Headspace Technique (2002). [www.astm.org/Standards/D3749.htm](http://www.astm.org/Standards/D3749.htm), stiahnuté 12. 6. 2009.
5. Poy F., Cobelli L., Banfí S., Fossati F.: J. Chromatogr. 395, 281 (1987).

#### Tabuľka V

Údaje, z ktorých sa zistila nádváznosť merania vypracovanej metódy

Vialka č.	Hmotnosť PVC [mV s]	Elučný čas [min]	Plocha píku VC [mV s]	Hmotnosť VC v PVC [mg]	Hmotnostný pomer $r_{VC/PVC}$ [ppm]
26	0,2000	7,21	23,5	0,542	2,71
27	0,2000	7,21	28,5	0,658	3,29
28	0,2002	7,21	24,6	0,568	2,93

6. Thomas V. N., Ramstad T. A.: *Acta Pharm. Nord.* 4, 97 (1992).
7. Snow N. H., Slack G. C.: *Trends Anal. Chem.* 21, 608 (2002).
8. Jordáková I., Dobiáš J., Voldřich M., Poustka J.: *Czech J. Food Sci.* 21, 13 (2003).
9. Borrelli F. E., de la Cruz P. L., Paradis R. A.: *J. Vinyl Addit. Technol.* 11, 65 (2005).
10. Mocak J., Bond A. M., Mitchell S., Scollary G.: *Pure Appl. Chem.* 69, 297 (1997).
11. Eckschlager K. v knižce *Analytická příručka 2* (J. Zýka ed.), str.786. SNTL/ALFA, Praha 1980.

**P. Májek<sup>a</sup>, J. Krupčík<sup>a</sup>, A. Koçer<sup>b</sup>, and M. Gök-dere<sup>b</sup>** (<sup>a</sup> *Institute of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical and Food Technology, Slovak Technical University, Bratislava, Slovak Republic*, <sup>b</sup> *Refik Saydam Hifzisi-hha Merkezi, Çevre Referans Laboratuvarı, Haymana Yolu, Gölbaşı, Ankara, Turkey*): **Determination of Vinyl Chloride in Poly(vinyl chloride) by Static Headspace Gas Chromatography Using Flame Ionization Detector**

A simple static headspace capillary gas chromatography (GC) method using a flame ionization detector has been developed for determination of 0.04–10 ppm of vinyl chloride (VC) in PVC. The method makes it possible to determine VC by dispersing a PVC sample in dimethylacetamide and analyzing the vapor by headspace GC. A standard addition method was used to calibrate the response. Due to the limit of quantification (LOQ = 0.042 ppm), the presented static headspace capillary GC-FID analysis is a reliable method for the determination of 1 ppm of VC in PVC.



JUBILEJNÍ 20. CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ KONFERENCE S MEZINÁRODNÍ ÚČASTÍ

## APROCHEM 2011

TECHNOLOGIE • ROPA • PETROCHEMIE • POLYMERY • BEZPEČNOST • PROSTŘEDÍ  
11. – 13. DUBEN 2011 • KOUTY NAD DESNOU • JESENÍKY • HOTEL DLOUHÉ STRÁNĚ

APROCHEM 2011 • PCHE • Na Dračkách 13, 162 00 Praha 6

T/F: 220 518 698, M: 607 671 866 • E: pche@csvts.cz • www.aprochem.cz

Připravuje PCHE s ČSPCH, ČSCH, ČSCHI, VŠCHT Praha, SCHP ČR, ÚCHP AV ČR.

## ODPADOVÉ FÓRUM 2011

6. ROČNÍK ČESKO-SLOVENSKÉHO SYMPOSIA  
VÝSLEDKY VÝZKUMU A VÝVOJE PRO ODPADOVÉ HOSPODÁŘSTVÍ

OZE 2011 • 2. konference **OBNOVITELNÉ ZDROJE ENERGIE**

13. – 15. DUBEN 2011 • KOUTY NAD DESNOU • JESENÍKY • HOTEL DLOUHÉ STRÁNĚ

Připravuje CEMC – České ekologické manažerské centrum, Jevanská 12, 100 31 Praha 10  
T: 274 784 447, 723 950 237 • F: 274 775 869 • E: symposium@cemc.cz • www.odpadoveforum.cz,  
E: info@oze2011.cz • www.oze2011.cz

DOPROVODNÉ TECHNICKÉ VÝSTAVKY. FIREMNÍ PREZENTACE A LOGA  
v tištěných materiálech a na CD ROM

1. Cirkulář v září 2010. Přihlášky přednášek do 15. 1. 2011. Plná znění do 15. 3. 2011.
  2. Cirkulář s Programem v únoru 2011. Přihlášky účasti budeme prosit do 25. 3. 2011.
- Plná registrace na jedné akci umožní volně účast na ostatních. Sledujte web a informujte své spolupracovníky a kolegy.

Zveme Vás k účasti, nabídnutí odborných příspěvků a těšíme se na společné setkání.