

使用反应热裂解GC/MS法定量分析 硫化SBR橡胶中的脂肪酸(硬脂酸等)

[背景] 橡胶中所含添加剂的种类和配合量是对于化学和物理性有很大的影响。它的定性定量分析是经过溶剂萃取等的预处理, 提取添加剂后通过滴定, GC, LC, IR等一般的分析方法。例如, SBR中的总脂肪酸的分析是, 用萃取的乙醇, 甲苯溶液, 滴定分析的方法(ISO-7781和JIS-K6237)。因这个方法需要大量的溶剂和时间, 因此需要开发新的分析方法。作为简单的分析方法的热脱附GC和热裂解GC是将样品无需预处理下直接分析, 然而回收率和再现性的问题以及有机酸的峰在色谱图中发生拖尾现象导致定量分析受到很大的影响。在本报告中, 通过用氢氧化四甲铵(TMAH)的反应热裂解GC/MS法, 定量分析硫化SBR橡胶中作为硫化促进剂, 润滑剂和脱模剂使用的硬脂酸等。

[方法] 反应热裂解GC/MS法是用MS为检测器的, GC进样口结多功能热裂解器(EGA/PY-3030D, Frontier Laboratories Ltd. 制)的, 使用自动进样器(AS-1020E, 同公司制)的分析系统。分离色谱柱使用5%联苯95%二甲基聚硅氧烷为固定相的金属毛细管柱(Ultra ALLOY-5,同公司制)。使用微型打孔器(FMP-2.00S, 2 mm, 同公司制), 常见的硫化SBR橡胶样品上切取约200 µg到样品杯, 再添加25 wt% TMAH甲醇溶液2 µL,自由落体至350 °C的加热炉, 反应产物进行分离分析。

[结果] 通过反应热裂解GC/MS得到的SBR样品的色谱图上, 以棕榈酸(C16:0)和硬脂酸(C18:0)的甲酯为主成分的峰被观测到(Fig. 1a)。另外, 选择各个脂肪酸甲酯的M⁺离子而得到的质谱图上, 杂物峰几乎消失, 峰的拖尾现象也改善并观测到良好的峰状(Fig. 1b,1c)。由他们的峰面积, 通过绝对校正法计算出来的棕榈酸和硬脂酸的定量值分别为0.16和0.46 wt%,这与总混合浓度为0.6 wt%的结果相一致。另外, 得到定量值的再现性分别为RSD值(n=5)2.1%以及3.8%的优好结果(Table 1)。由上可知, 本方法作为定量硫化SBR橡胶中添加的脂肪酸, 无需特别预处理的, 简便信赖性高的方法。

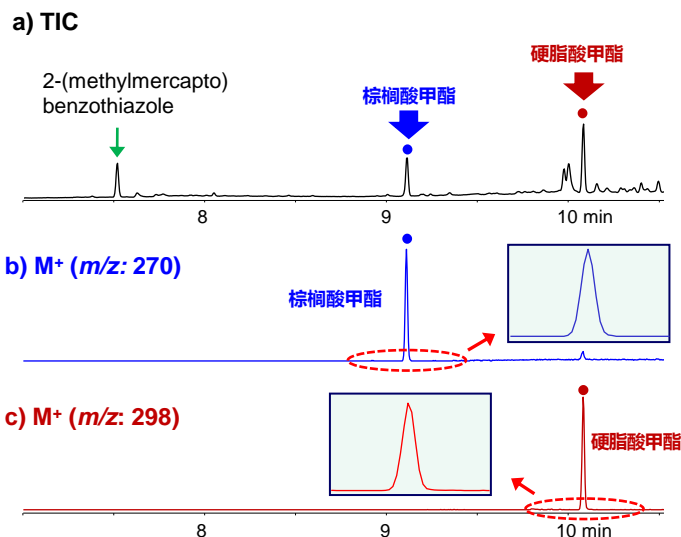


Fig. 1 用反应热裂解-GC/MS分析硫化SBR的色谱图

加硫SBR样品中的脂肪酸的定量值(wt%) < 混合浓度 0.6 wt% >			
样品量 (µg)	棕榈酸	硬脂酸	总脂肪酸 (%)
197	0.160	0.456	0.616
194	0.155	0.441	0.596
203	0.152	0.449	0.601
202	0.156	0.479	0.635
204	0.159	0.479	0.639
平均	0.156	0.461	0.617
相对标准偏差 (RSD%)	2.12	3.84	3.16

Table 1 硫化SBR中的总脂肪酸的定量和再现性 (n=5)

热裂解温度: 350 °C, GC柱箱温度: 70 – 280 °C(20 °C/min, 2 min 保持), GC进样口温度: 300 °C
分离色谱柱: Ultra ALLOY+5(5% 联苯 95% 二甲基聚硅氧烷), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm
柱流量: 1 mL/min(He), 分流比: 1/100, 样品量: 约 200 µg

Ref.: A. Watanabe, et al. *Rubber Chemistry and Technology*, 87 (3), 516-525 (2014)

Keywords : 硫化SBR橡胶, 添加剂, 脂肪酸, 硬脂酸, 棕榈酸, 反应热裂解GC/MS, TMAH

使用产品 : 多功能热裂解器, 自动进样器, GC/MS免放空接口, UA-5, 微型打孔器

应用领域 : 高分子分析

关联的技术笔记 : PYA2-022C

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn