

红外及气相/质谱在橡胶定性分析中的应用

朱枫, 朱勤, 林华

[上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司 轮胎研究所, 上海 200093]

摘要: 用气相/质谱连用仪辅助红外光谱对橡胶进行定性分析研究。结果表明: 当 NR 和 SBR 并用胶中 NR 质量分数小于 0.1 时, 红外谱图上的信息很微小, 无法确定其存在, 可用气相/质谱连用仪对并用胶进行提取离子法扫描, 以进一步确定 NR 的存在。

关键词: 红外光谱; 气相/质谱; 提取离子法; 橡胶; 定性分析

中图分类号: T Q330.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1000-890X(2000)07-0432-02

红外光谱仪多用于物质的定性分析, 但当物质的质量分数小于 0.1 时, 红外光谱仪很难确定其存在, 只能借助于其它方法, 如核磁共振、紫外分光光度仪、气相/质谱连用仪等。本工作就是针对并用胶中 NR 质量分数小于 0.1 时, 在红外光谱仪不能分辨的情况下, 用气相/质谱连用仪中的提取离子方法进行检测, 以确定其存在。

1 实验

1.1 试验仪器

红外光谱仪, IR-460 型, 美国尼高力公司产品; 气相色谱仪, HP-GC6890 型, 美国惠普公司产品; HP-5 毛细管柱, $\Phi 250 \text{ mm} \times 30 \text{ m} \times 0.25 \mu\text{m}$, 美国惠普公司产品; SGE 裂解器, 澳大利亚产品; 质谱仪, HP-MS5973 型, 美国惠普公司产品。

1.2 试验条件

裂解温度为 $450 \text{ }^\circ\text{C}$, 进样口温度为 $50 \text{ }^\circ\text{C}$, 柱温为 $40 \sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$, 升温速率为 $6 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

1.3 试验方法

(1) 样品前处理: 将约 2 g 的未知胶料剪成细长条, 放入抽提虹吸器杯中, 加入一定量的溶剂, 在水浴中抽提 8 h, 置于约 $80 \text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温箱内

烘 1 h, 然后在 $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱中进行低温裂解, 裂解时间为 10 min。取出冷却后, 加入一定量的溶剂提取裂解产物。

(2) 红外分析: 将裂解产物用滴管滴在溴化钾盐片上, 放入红外干燥箱中烘干, 再置于红外样品室中扫描。

(3) 气相/质谱分析: 取已抽提好的样品, 置于裂解器中裂解做全扫描(SCA), 得总离子图和质谱图。

2 结果与讨论

未知样品的红外谱图见图 1。由图 1 可以看出, 未知胶样基本上是 SBR 和 BR, 由于在

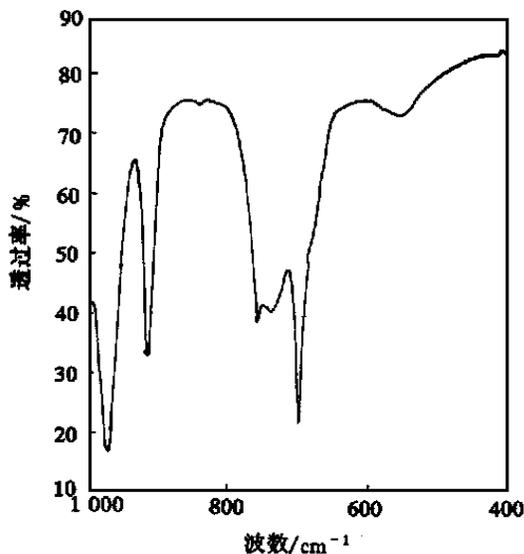


图 1 未知胶样的红外谱图

835 cm^{-1} 上有一个小峰, 推测可能有 NR。按 NR/SBR 的并用比为 10/90 配制已知并用胶, 并作红外分析, 红外谱图见图 2。将图 1 和 2 进行对比可以看出, 未知胶样中 NR 的质量分数不大于 0.1。

未知胶样的全扫描总离子图见图 3。由图 3 可以看出, 1.82 min 处有一个峰, 对其进行标准谱图检索, 得出是丁二烯, 它旁边有一个肩峰, 检索为异戊二烯。由于其信号很弱, 同时丁二烯的信号太大, 为了能更好地确定异戊二烯的存在, 在原来的基础上, 做了提取离子方法 (SIM), 输入相对分子质量为 15, 53, 67, 68 和

69 的 5 种 NR 碎片离子, 扫描后得到了总离子图 (见图 4) 和质谱图 (见图 5), 确定了异戊二烯的存在。说明并用胶中确有少量 NR 存在。

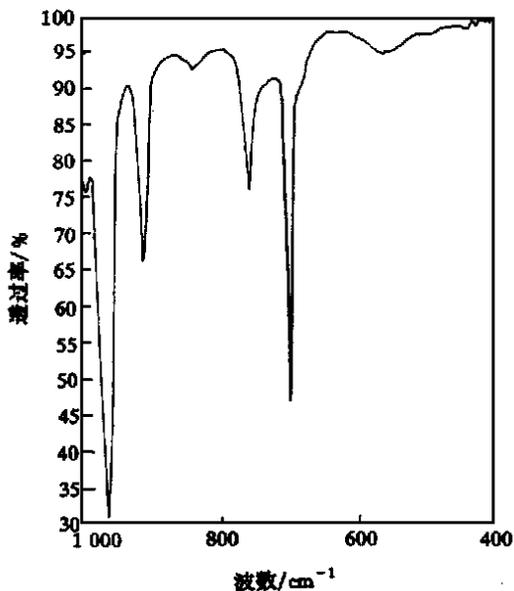


图 2 所配胶样的红外谱图

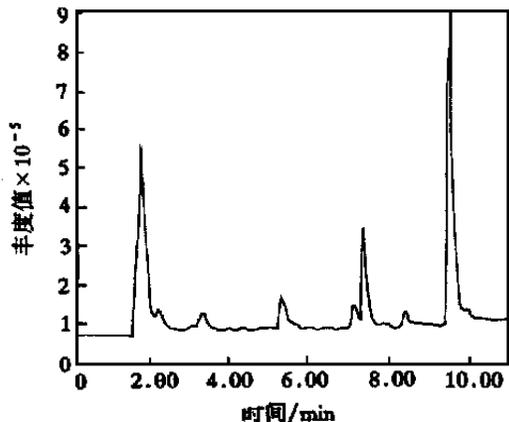


图 3 未知胶样的全扫描总离子图

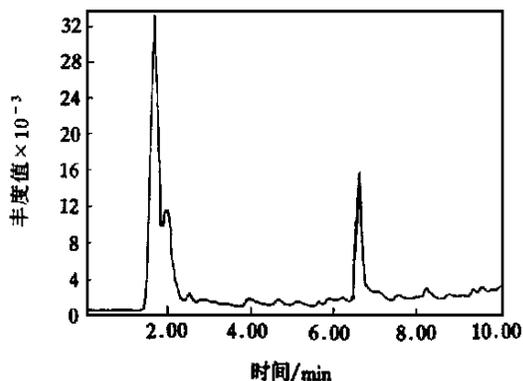


图 4 未知胶样提取离子法的总离子图

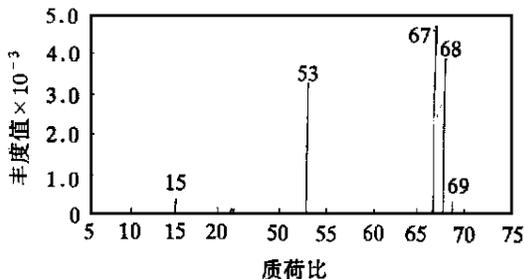


图 5 未知胶样的提取离子法质谱图

3 结语

红外光谱可对未知物初步定性。当红外谱图上信息微弱时, 可用气相色谱/质谱进行旁证。从利用气相色谱/质谱法对 SBR, BR 与 NR 并用胶进行分析表明, 气相色谱/质谱在研究高聚物的结构和定性方面是一个有力的工具。故在红外光谱中信息很弱、甚至不能检测出来的物质, 可用气相色谱/质谱来辅助鉴定, 两种方法相互补充, 可使我们对未知样品有一个比较全面的认识。

参考文献:

- [1] 麦克拉弗帝 F W. 质谱解析[M]. 王光辉, 姜龙飞, 汪聪慧译. 北京: 化学工业出版社, 1970.
- [2] 吴瑾光. 近代傅立叶变换红外光谱技术及其应用[M]. 北京: 科学技术文献出版社, 1994. 419-432.

收稿日期: 2000-01-16