

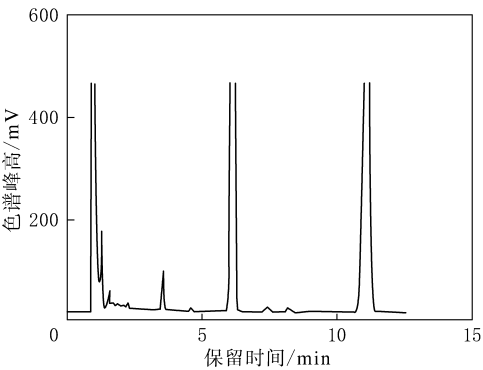


图 3 软脂酸甲酯和硬脂酸甲酯对照品混合液气相色谱

回收率测定,结果见表 2。平均回收率为 103.0%, 相对标准偏差为 1.59%。

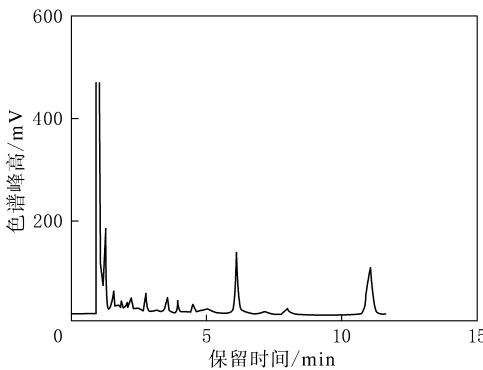


图 4 提取物甲酯化气相色谱

2.6 样品测定

取不同样品进行测定,1[#]~7[#] 样品工业硬脂酸

表 2 试验方法的回收率和相对标准偏差

序号	称样量/g	样品中工业硬脂酸含量/mg	加硬脂酸标准品质量/mg	测得硬脂酸加入量/mg	回收率/%
1	10.024 1	53.14	53.21	55.36	104.0
2	10.125 3	53.67	55.12	55.53	100.7
3	10.253 7	54.35	50.34	52.35	104.0
4	10.243 3	54.30	55.31	55.90	101.1
5	10.532 8	55.83	53.14	55.47	104.4
6	10.625 1	56.32	57.17	59.28	103.7

质量分数分别为0.001 936,0.005 301,0.002 574, 0.005 082,0.001 752,0.003 341 和 0.015 85。

硬脂酸的含量实用性较强,测定方法的平均回收率为 103.0%,相对标准偏差为 1.59%。

3 结语

在生产过程中工业硬脂酸可能与其他硫化助剂发生化学反应,因此测得的注射剂用卤化丁基橡胶塞中工业硬脂酸的含量一般低于配方中的用量。

容量法测定注射剂用卤化丁基橡胶塞中工业

参考文献:

[1] GB/T 9104—2008,工业硬脂酸试验方法[S].

[2] GB/T 18953—2003,橡胶配合剂硬脂酸定义及试验方法[S].

[3] 李多兴.天然橡胶中脂肪酸的分析与研究[J].广东化工, 2007,34(9):65-68.

收稿日期:2011-04-05

以双氧水为氧化剂合成橡胶硫化促进剂 CZ 的方法

中图分类号:TQ330.38⁺5 文献标志码:D

由天津市科迈化工有限公司申请的专利(公开号 CN 101717381A,公开日期 2010-06-02)“以双氧水为氧化剂合成橡胶硫化促进剂 CZ 的方法”,提供了一种以双氧水为氧化剂合成橡胶硫化促进剂 CZ 的方法,即将 M-Na 盐与环己胺混合液[M-Na 盐和环己胺的摩尔比为 1:(1.05~1.18)]加入到氧化釜中,再向氧化釜中加入碳酸钠[M-Na 盐和碳酸钠的摩尔比为 1:(0.01~0.03)],然后在 20~60 ℃、50~300 r·min⁻¹ 条

件下,以 0.05~0.1 mol·min⁻¹ 的流速向溶液中滴加质量分数为 0.01~0.10 的双氧水,同时以 0.025~0.05 mol·min⁻¹ 的流速向溶液中滴加质量分数为 0.01~0.10 的硫酸,双氧水和硫酸同时滴加(双氧水的流速是硫酸流速的 2 倍),取样,用乙酸铜溶液测试反应终点,当乙酸铜溶液不变色时,停止滴加双氧水和硫酸,抽滤、水洗、过滤、干燥制得促进剂 CZ(产品收率达到 96%以上)。该方法直接以 M-Na 盐为原料,过程简单,易于工业化,环己胺用量小,环保性、产品质量好。

(本刊编辑部 赵 敏)