

取足够长的 d_1 , 对谱峰进行积分后才能得到准确的结果。分别考察了 d_1 为 1, 2, 4, 8, 14 和 20 s 时的 A_s/A_r , 如图 4 所示。由图 4 可见, d_1 增大到 20 s 时, A_s/A_r 仍在不断减小, 说明此时样品与内标物的原子核没能完全弛豫。如果仅采用常规方法定量, d_1 至少应设为 20 s, 才能得到准确的结果。而本工作中采用内标与标准曲线法进行分析, d_1 取较小的数值(2 s)即可得到比较理想的线性效果, 从而大大缩短了试验时间。

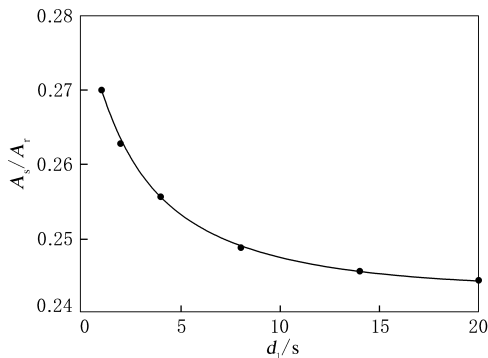


图 4 A_s/A_r 与 d_1 的关系曲线

2.6 重复性和稳定性试验

在同一试验条件下进行 6 份平行样品测定, 分别计算 A_s/A_r , 相对标准偏差为 0.43% ($n=6$), 表明该方法的重复性较好。

将样品在室温下分别放置 0, 4, 8, 12 和 16 h 后按同一试验条件进行测定, 并计算 A_s/A_r , 相对标准偏差为 1.06% ($n=5$), 表明该方法在 16 h 内稳定性较好。

3 结语

选择蒎为代表对定量 NMR 方法测定多环芳烃含量进行了初步探索。试验样品无需预处理, 也无需其他标准品, 采用氘代氯仿溶解后即可直接进行测定, 提高了分析效率, 方法的线性、重复性和稳定性均达到要求, 而且分析速度快(一般在 15 min 内即可完成样品的 ^1H NMR 谱图测定), 为多环芳烃的定量分析提供了有效手段。

参考文献:

- [1] Ronald G H. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons: Chemistry and Carcinogenicity[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1991.
- [2] 王宏菊, 刘丽, 李英, 等. 微波萃取-GC-MS 联用法测定橡胶及其制品中多环芳烃[J]. 分析试验室, 2008, 27(9): 62-65.
- [3] 董彩玉, 苍飞飞. GC/MS 内标法测定全钢载重子午线轮胎中的多环芳烃含量[J]. 轮胎工业, 2013, 33(2): 119-123.
- [4] 袁丽凤, 邹蓓蕾, 崔家玲, 等. 气相色谱-质谱联用测定橡胶制品中的多环芳烃[J]. 橡胶工业, 2009, 56(2): 242-245.
- [5] Malet-Martino M, Holzgrabe U. NMR Techniques in Biomedical and Pharmaceutical Analysis[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2011, 55(1): 1-15.
- [6] 于小波, 沈文斌, 相秉仁. 定量核磁共振技术及其在药学领域中的应用进展[J]. 药学进展, 2010, 34(1): 17-23.
- [7] 张奉民, 余华光, 胡博然. 聚乙烯醇醇解度测定的定量核磁共振技术研究[J]. 塑料科技, 2013, 41(9): 78-81.
- [8] 何重辉, 曹丽华, 张赛男. 从核磁共振谱分析橡胶助剂对轮胎环保合规性的影响[J]. 橡胶科技, 2013, 14(4): 34-40.

收稿日期: 2014-12-09

一种耐温耐侵蚀改性硅橡胶电缆料

中图分类号 TQ336.4⁺2; TQ333.93 文献标志码 D

由安徽文峰电子科技集团有限公司申请的专利(公开号 CN 103554597A, 公开日期 2014-02-05)“一种耐温耐侵蚀改性硅橡胶电缆料”, 涉及的电缆料配方为: 丁腈橡胶(NBR) 10~12, 硅橡胶 20~22, 氟橡胶 12~15, 低密度聚乙烯 20~25, 炭黑 N330 24~28, 氧化锌 4~6, 硬脂酸 3~4, 碳酸钙粉 18~22, 沸石粉 10~12, 玻璃纤维 3~4, 海泡石粉 12~14, 尼龙 66 8~

10, 丙烯酸酯类共聚物(ACR)抗冲改性剂 3~5, 丙烯腈-丁二烯-苯乙烯(ABS)树脂粉 6~8, 间苯二甲酸酯 5~6, 甘油三醋酸酯 4~5, 多聚磷酸铵 2~3, 助剂 4~5, 硫黄 1~2, 促进剂 TMTM 1~2。该电缆料结合了 NBR、硅橡胶、氟橡胶以及低密度聚乙烯、尼龙 66 和 ABS 树脂粉的优点, 具有优异的耐高低温、耐化学侵蚀和耐老化等性能, 能够适应特定的使用环境, 市场前景广阔。

(本刊编辑部 赵 敏)