

薄层色谱法分离分析轮胎胶料中的软化剂

范山鹰

(北京橡胶工业研究设计院, 北京 100039)

摘要: 本文介绍了利用薄层色谱法分离轮胎胶料溶剂抽出混合物中的未知物质, 并通过薄层色谱分析, 与已知纯样比较, 鉴别分离出的未知物质, 进一步用红外光谱确认和确定所分离出来的物质为软化剂芳烃油。

关键词: 薄层色谱; 分离; 分析; 未知物; 轮胎胶料

北京橡胶工业研究设计院对境外轮胎的全剖析已有近 20 多年的历史, 为我国的轮胎事业的发展做出了重要贡献。轮胎胶料剖析中, 薄层色谱法主要分析防老剂、促进剂, 但在胶料的溶剂抽出物中还有多种配合剂, 如粘合剂、软化剂、增粘剂、脱模剂等其它加工助剂, 在轮胎胶料溶剂抽出物分析的实验条件下有些配合剂也会在薄层色谱图上显示出斑点。在轮胎胶料溶剂抽出物分析中, 各个部位普遍存在 $R_f=0.7$ (R_f 为比移值) 左右的火苗状灰褐色未知斑点 (原图为彩色) 通过薄层制备法, 将此未知斑点分离出来, 并通过薄层色谱分析, 与已知纯样比较, 鉴别分离出的未知物质为软化剂芳烃油。进一步采用红外光谱分析, 确定该未知斑点就是芳烃油, 为薄层色谱法分析轮胎胶料成分增加了种类。

1 实验方法

1.1 溶剂抽出

将轮胎胶料剪成 1mm^2 颗粒, 称取 3 g 用丙酮为溶剂, 在索氏抽提器中抽提 4 h 将抽出液浓缩至 5 ml 左右。

1.2 薄层色谱分析

将薄层板活化, 画出基线和上限线, 用毛细管吸取浓缩后的抽提液, 在薄层板的基线上点样, 在展开剂中展开, 用紫外检测器观察荧光斑点, 然后用显色剂喷淋, 识别显色斑点。

1.3 薄层色谱法分离

自制厚度约为 0.8mm 的薄层板, 将浓缩后的抽提液点样在薄层板上, 同一块薄层板上点同一种胶料的抽出液, 展开后, 遮住薄层板, 仅留下一

个点样点, 进行显色。按照要分离的斑点位置, 刮下相同的未显色点处的硅胶, 然后用丙酮洗涤刮下的含有分离物质的硅胶进行过滤, 滤液中含有分离物质, 并进行浓缩。

1.4 红外光谱分析

将制备的未知斑点样和芳烃油样用傅里叶红外光谱仪测定。

2 结果与讨论

2.1 轮胎胶料溶剂抽出物薄层色谱图

图 1 为国内轮胎不同部位的胶料抽出物的薄层色谱图, 图 2 为国外轮胎不同部位的胶料抽出物的薄层色谱图, 图 3 为国外轮胎不同部位的胶料抽出物的薄层色谱荧光谱图。

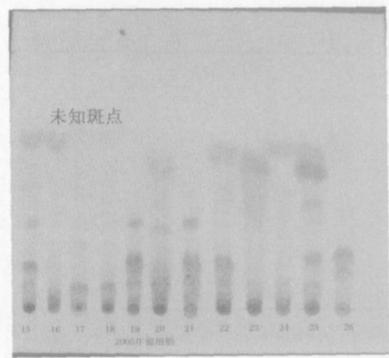


图 1 国内轮胎不同部位胶料抽出物的薄层色谱图

从图 1 和图 2 中可看出, 在 $R_f=0.7$ 左右的火苗状灰褐色未知斑点, 在每个部位几乎均有出现, 图 3 是轮胎胶料溶剂抽出物的薄层色谱荧光谱图, 明显荧光斑点与图 1 和图 2 中的 $R_f=0.7$ 左右的火苗状灰褐色未知斑点对应的, 为相同

物质。为了识别此具有普遍性的未知斑点,进行了薄层色谱制备,将此未知斑点分离出来,进行薄层色谱对比分析和红外光谱分析。

层板上只显示出了一个灰褐色斑点,在图 4(b)的荧光光谱图上也只显示了一个荧光斑点,说明未知斑点物质已与其它物质分离开来。

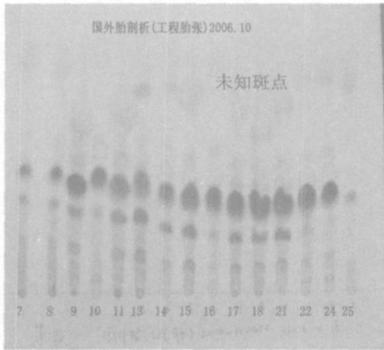
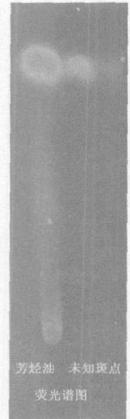


图 2 国外轮胎不同部位胶料抽出物的薄层色谱图



(a) 显色斑点图

(b) 荧光斑点图

图 4 分离出的未知斑点样与芳烃油样对比薄层色谱图

2 2 2 未知斑点样品与标准样品对比

将分离出来的未知斑点物质与已建立的橡胶原材料薄层色谱样品参考图对比,发现与软化剂芳烃油、古马隆、环烷油的斑点图相似,将与这三种物质对比进行薄层色谱分析,从谱图上发现未知斑点物质与芳烃油的显色斑点图和荧光斑点图更相近,见图 4(a)和(b)。

2 2 3 未知斑点样品的红外光谱图

将分离出来的未知斑点物质进行红外光谱分析,红外光谱谱图见图 5(b),与芳烃油的红外光谱谱图图 5(a)一致,说明在轮胎各部位中的灰褐色斑点为芳烃油。

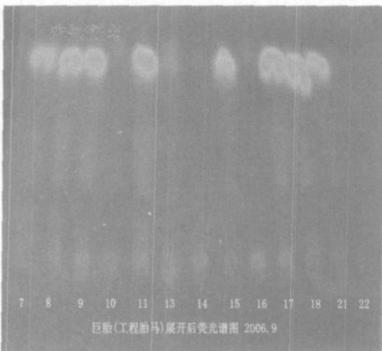
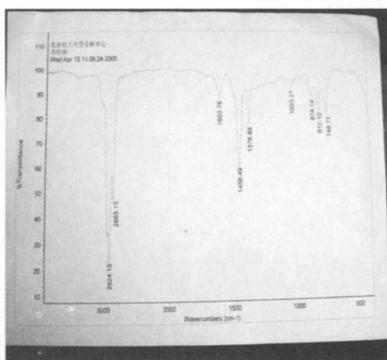


图 3 国外轮胎不同部位胶料抽出物的薄层色谱荧光谱图

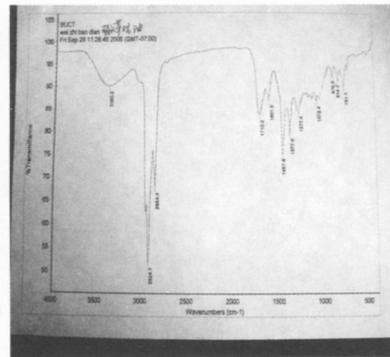
2 2 分离出来的未知斑点分析

2 2 1 薄层色谱法

将分离出的未知斑点用薄层色谱法分析,如图 4中(a)和(b)。由图可见,分离后的样品在薄



(a) 芳烃油红外光谱图



(b) 分离出的未知斑点样红外光谱图

图 5 分离出的未知斑点样与芳烃油样红外光谱图对比

3 结语

轮胎胶料各个部位的溶剂抽出物是非常复杂的混合物,胶料配方中所加入的有机配合剂都可能被溶剂抽出,包括防老剂、促进剂、软化剂、粘合剂、增粘剂、脱模剂等。薄层色谱法是分析溶剂抽出物中各配合剂的有效方法,在积累了分析防老剂品种和促进剂类别丰富经验的基础上,可通过薄层色谱制备法,对薄层色谱图中的未知斑点,也

即不可鉴别的物质进行分离,通过分析分离出的未知物质,以确定其未知斑点样的种类。通过这种方法,可为剖析境内外轮胎胶料配方提供更多的信息,甚至可发现国外使用的新配合剂,也将极大的扩展薄层色谱法在轮胎胶料分析及橡胶分析中的应用范围。

参考文献:略

青岛软控荣登 中小板上市公司 30强

日前,2006年度中国上市公司价值百强暨首届中小板公司 30强评选结果揭晓,青岛软控荣登中国中小板上市公司 30强。

此项活动是由证券时报社、中联公司联合发起的,旨在揭示出财务表现优异,治理水平较高,拥有一流管理团队、品牌、战略进而拥有持续增长能力的优秀上市公司,并借此引导市场各方主体对上市公司价值的全面认识。

此次评选范围为 2006年 12月 31日前上市的沪深两市 A股上市公司,其中中小板 30强评选面向中小板上市公司。为了确保评选的客观性、专业性、全面性,评选活动主办方对候选公司的综合财务状况、公司治理水平、公众投资者及机构投资者市场评价三方面进行系统测评,最后由评选活动评审专家委员会根据各项评分权重及其它影响因素综合考虑,产生最终排名。王霄茜

三工积极应对出口退税政策调整

财政部、国家税务总局下发《关于调低部分商品出口退税率的通知》规定从 2007年 7月 1日起,调整部分商品的出口退税政策,其中橡胶制品出口退税率由 13%下调到 5%。为此,山东三工橡胶有限公司积极应对,不断调整出口方式和出口产品结构,尽力缩小此次政策调整对企业的影响。

一是实施精细化管理。尽一切努力提高管理效率、节约挖潜、提高企业的管理水平,尽可能减少各环节成本,降低管理费用,消化退税率下调带

来的负面影响。

二是调整出口产品结构。加大研发投入,开发或改进全钢载重子午线轮胎等技术含量高、附加值高的名优特新产品,力促产品升级上档次,提高出口商品附加值,提高产品销售价格,增强产品国际市场竞争力。

三是加大市场开发力度。多元化、深度开发国际市场,拓宽出口渠道,调整客户结构,精心培育美国、新加坡等高质量客户。王旭涛

青岛软控被评为 上市公司市值管理百佳企业

日前,第一届中国上市公司市值管理高峰论坛在北京召开,青岛软控被评为 2006年度中国上市公司市值管理百佳企业。这是中国证券市场进入全流通时代后,首次以市值管理为评价指标,对中国证券市场 A股上市公司价值创造能力和价值实现能力的全方位评选。

此次评选活动由中国上市公司市值管理研究中心和清华大学中国金融研究中心共同主办,评选从上市公司的价值创造、价值实现和价值关联度三个方面,选用总市值、经济增加值(EVA)、净资产收益率等 16个测评指标,对上市公司市值管理水平进行全面剖析。

上市公司市值管理百佳企业是价值创造最大化和价值实现最优化的能力象征,是优质公司的代表,同时也反映了这些公司的成长性和持续性。因此,市值管理百佳评选有助于增强上市公司市值管理意识、深化人们对市值管理的理解、规范市值管理行为、提高市值管理的科学和有效性。

王霄茜