

在 3 mL 微型反应器中加入 0.5 mL 的 M 钠盐溶液(含量约 25%), 1 mL 碘甲烷, 0.2 mL 氢氧化钠溶液(含量 10%), 振荡 1 h 后立即进样。采用填充柱气相色谱(10% SP-2100 / Chromosorb WHP 100~200 目), 用程序升温进行分析, 面积归一化定量。

固特异公司采用液-质联用技术对防老剂 RD 中的成分进行定性分析, 并对其中的有效成分二、三、四聚体进行了定量测定, 方法为面积归一化法, 对异丙基二苯胺、游离胺、单体采用内标法定量。

米其林公司用高效液相色谱法控制和检验防老剂 RD 的产品质量, 并分析其中的有害物质伯胺的含量。南化公司使用类似的高效液相色谱法分析防老剂 RD, 并应用于中控指导生产, 为减少防老剂 RD 中的有害杂质提供数据指导。综合防老剂 RD 的使用经验和大量研究, 人们认识到, 防老剂 RD 中起防老化作用的主要是二、三、四聚体, 橡胶行业对这些有效成分十分重视, 特别是一些外资、合资企业, 纷纷要求助剂生产厂家提高这些有效组分的含量。有效成分的测定有利于防老剂 RD 生产技术的不断改进和提高, 使产品的质量得到提升, 增强其在国际市场的竞争力。

日本住友(Sumitomo)公司开发生产了新型防老剂 FR, 与防老剂 RD 相比, 防老剂 FR 的优点很多: (1) 喷霜性能改善, 因为防老剂 FR 的溶解度大于防老剂 RD; (2) 不影响不溶性硫黄抗硫化返原性, 因为防老剂 FR 中伯胺较少, 碱性较弱; (3) 使胶料耐热、耐屈挠性能改善, 因为防老剂 FR 中二聚体含量比防老剂 RD 高 1 倍。住友公司防老剂 FR 和防老剂 RD 的成品分析采用填充柱气相色谱法, 分离出其中的二、三、四聚体, 其程序升温的最终温度为 350 °C, 用面积归一化定量。

固特异公司用高效液相色谱法分析促进剂 CBS 和 TBBS, 以防老剂 D 或促进剂 M 为内标, 用 UV 280 nm 波进行检测。

固特异公司用高效液相色谱法分析促进剂 DM, 用乙腈(含量 100%)等梯度洗脱, 检测波长 280 nm, 每分钟流量 1 mL, 以二氯甲烷溶解样品并以超声波助溶, 以外标法定量。

固特异公司用高效液相色谱法分析促进剂

M, 用乙腈/水(体积比 70:30)的流动相等梯度洗脱, 检测波长 325 nm, 每分钟流量 1 mL, 以乙腈加 1% 乙酸溶解样品, 以外标法定量。

我国 GB/T 8828—2003《防老剂 4010NA》、GB/T 21841—2008《防老剂 6PPD》中防老剂 4010NA 和 6PPD 纯度的检测均采用毛细管气相色谱法, GB/T 21184—2007《橡胶配合剂 次磺酰胺促进剂 试验方法》中次磺酰胺促进剂纯度的检测也有液相色谱法。GB/T 20646—2006《橡胶配合剂 对苯二胺(PPD)防老剂试验方法》中规定防老剂 PPD、防老剂 3100、防老剂 4020、防老剂 4010NA、防老剂 44PD 采用气相色谱法和液相色谱法测定其纯度。

4 结语

橡胶助剂标准越来越受到行业和生产企业的重视, 参与标准起草的单位也越来越多, 工作也越来越细致完善, 但是, 由于我们的起点比较低, 采用国际先进标准的比例还不高, 对产品的约束力还不够, 还需要同行业的共同努力, 早日建立国际先进水平的产品质量管理体系。

在国外, 色谱技术在橡胶助剂中的应用已经相当普遍, 我国近几年才开始使用, 普及程度远远不够。目前随着橡胶助剂标准日益的完善, 纯度或有效含量的测定成为一项评价产品质量的重要指标, 色谱分析方法成为主要检测手段, 相信不久的将来色谱分析方法将成为橡胶助剂分析测试的主要方法。同时, 加大分析检验人员的技术培训力度, 加强质量管理人员的技术交流, 积极研究国内外检测方法的差异, 取长补短, 我们的检测技术定能短期内与国际同步。

印度 JK 公司组建新工程机械轮胎厂

印度著名轮胎制造商 JK 公司计划投资 27 亿卢比在印度南部卡纳塔克邦迈索尔组建一家工程机械轮胎生产厂。到 2010 年 3 月, 该公司将投入 12 亿卢比建设工厂, 另外的 15 亿卢比将用于 2011 年 3 月份后产能的扩大建设。该工厂的工程机械轮胎产品将出口到北美和拉丁美洲市场。

罗永浩