



中华人民共和国国家标准

GB/T 33078—2016/ISO 10638:2010

橡胶 防老剂的测定 气相色谱-质谱法

Rubber—Identification of antidegradants—Gas chromatography/mass spectrometry

(ISO 10638:2010, Rubber—Identification of antidegradants by gas chromatography/mass, IDT)

2016-10-13 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 10638:2010《橡胶中防老剂的测定 气相色谱-质谱法》(英文版)。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

- GB/T 3516—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定(ISO 1407:1992 MOD);
- GB/T 8290—2008 浓缩天然胶乳 取样(ISO 123:2001 MOD);
- GB/T 8298—2008 浓缩天然胶乳 总固体含量的测定(ISO 124:1997 MOD);
- GB/T 15340—2008 天然、合成生胶取样及其制样方法(ISO 1795:2000 IDT);
- GB/T 17783—1999 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(ISO 4661-2:1987 IDT)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:抚顺伊科思新材料有限公司、中国石油天然气股份有限公司独山子石化研究院、广州合成材料研究院有限公司、三角轮胎股份有限公司、安徽佳通轮胎有限公司、西双版纳州质量技术监督综合检验中心、北京橡胶工业研究设计院、赛轮金宇集团股份有限公司、北京市理化分析测试中心。

本标准主要起草人:林庆菊、王文祥、覃红阳、倪淑杰、孙传娟、杨映华、董彩玉、杨文真、刘伟丽、王龙庆、孙枫、许秋焕、毕学瑞、丁晓英、胡光辉。

引 言

大多数橡胶制品为了延长使用寿命加有防老剂,防老化剂类型根据某一特定产品使用环境而定。橡胶中防老剂越来越多地被怀疑含有某些可能对环境有负面影响的物质而被关注。但是,确定橡胶制品中存在的防老剂类型是不容易的。

在国家标准 GB/T 4499 中规定了利用薄层色谱定性分析防老剂的方法。该方法需要操作者对操作过程高度熟练且应具有大量的知识和经验,还需要使用到标准参考物质。

本标准规定的气相色谱-质谱法是测定橡胶制品及生产这些产品所用到的生胶和未硫化胶中所含防老剂的一种有效的方法。

橡胶 防老剂的测定 气相色谱-质谱法

警告:使用本标准的人应熟悉正规实验室操作规范。本标准并未指出与其有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家法律法规的相关规定。

注意:本标准中规定的一些步骤可能会产生一些物质或废弃物,这些可能会给当地的环境带来危害。使用后应参考适当的文件对这些物质进行安全处理和处置。

1 范围

本标准规定了使用气相色谱-质谱联用仪测定生胶、胶乳、未硫化胶或硫化胶制品中防老剂的方法。本标准规定的方法是一个定性的方法,不能作为定量分析。

本标准适用测定的 31 类防老剂见附录 A。

注:本标准不包括设备运行的详细程序。本标准的操作人员要熟悉气相色谱-质谱联用仪的操作步骤。此外,按照气相色谱-质谱联用仪的使用说明书进行操作,以确保仪器处在最佳状态。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 123 橡胶胶乳 取样(Rubber latex—Sampling)

ISO 124 橡胶胶乳 总固体含量的测定(Latex, rubber—Determination of total solids content)

ISO 1407 橡胶 溶剂抽出物的测定(Rubber—Determination of solvent extract)

ISO 1795 天然生胶和合成生胶 取样及其制样方法(Rubber, raw natural and raw synthetic—Sampling and further preparative procedures)

ISO 4661-2 硫化橡胶样品和试样的制备 第 2 部分:化学试验(Rubber, vulcanized—Preparation of samples and test pieces—Part 2:Chemical tests)

3 原理

通过热解或溶剂抽提处理橡胶中的防老剂,然后通过气相色谱-质谱联用仪进行测定,防老剂类型通过质谱进行鉴定。如果需要,可以使用保留指数作为辅助的鉴定方法。

4 热解析法

4.1 试剂和材料

4.1.1 冷冻剂:例如液氮,仅在特殊热解析仪器中使用。

4.1.2 气相色谱仪载气:氮气。

4.2 仪器

4.2.1 热解析仪器或装置:和气相色谱连接并能加热到 340 °C。

注:裂解器是一种等效热解析仪器,它可以保持在一个较低的加热温度。

4.2.2 捕获装置:仅在特殊热解析仪器中使用。

4.2.3 气相色谱-质谱联用仪

4.2.3.1 气相色谱仪,规定如下:

- 色谱柱。
- 长:25 m~60 m。
- 直径:0.25 mm~0.35 mm。
- 固定相:5%联苯-95%聚二甲基硅氧烷。
- 膜厚:0.2 μm ~0.35 μm 。

如果保留指数和测试条件不符合附录 A 和附录 C 的规定,可以使用其他类型的色谱柱(如 100%聚二甲基硅氧烷)。

- 载气流速:1.0 mL/min~2.0 mL/min;
- 进样温度:300 $^{\circ}\text{C}$ ~350 $^{\circ}\text{C}$;
- 炉温程序:初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升到 320 $^{\circ}\text{C}$,在 320 $^{\circ}\text{C}$ 保留 10 min。

4.2.3.2 质谱仪:四极杆质谱仪,磁偏转质谱仪或其他适用的型号,规定如下:

- 接口温度:300 $^{\circ}\text{C}$;
- 离子化方法:EI;
- 离子源温度:230 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$;
- 离子电压:70 eV;
- 扫描范围:质荷比(m/z):50~600。

4.3 样品制备

4.3.1 如果是胶乳,根据 ISO 123 取样,根据 ISO 124 干燥样品。

4.3.2 如果是生胶和混合胶,分别根据 ISO 1795 或 ISO 4661-2 制备样品。

4.4 试验步骤

4.4.1 把 1 mg~2 mg 的待测样品放入样品池(杯状或管状)中。

4.4.2 把待测样品放在热解仪器中,保持 340 $^{\circ}\text{C}$,启动气相色谱-质谱联用仪进行气相色谱和质谱测定。如果使用捕获仪器,在 340 $^{\circ}\text{C}$ 加热 1 min,捕获产生的挥发分并用液氮冷却,加热过程一旦结束,立即停止供应液氮,启动气相色谱-质谱联用仪,进行气相色谱和质谱测定。

5 溶剂抽提法

5.1 溶剂和材料

5.1.1 抽提溶剂:丙酮,分析纯。

5.1.2 气相色谱仪载气:氦气。

5.2 仪器

5.2.1 索氏提取器:按照 ISO 1407 规定。

5.2.2 气相色谱-质谱联用仪:按照 4.2.3 规定。

5.3 样品制备

见 4.3。

5.4 试验步骤

5.4.1 取大约 2 g 的样品,剪成大约 2 mm 或更小的颗粒,用丙酮作溶剂进行索氏抽提,连续抽提约 8 h。如果 2 g 的样品无法得到足够的防老剂可增加样品量。

5.4.2 把抽提液浓缩至 10 mL 到 20 mL,并注射 1 μ L 浓缩抽提液到气相色谱-质谱联用仪中。

注:根据橡胶中防老剂含量确定浓缩液的进样量。

如果生胶或未硫化橡胶可溶于丙酮,应使用热解析法。

6 气相色谱保留指数的测定

见附录 C。

7 分析

本标准涉及的防老剂气相色谱和质谱图参见附录 B 中的图 B.1~图 B.31,图中给出了每一种防老剂的气相色谱特征峰。表 A.1 中给出了这些特征峰更多的详细情况,包括每种相关成分的鉴定及保留指数,质谱图中每种成分主要峰的质荷比(m/z)。

对于要分析的某一防老剂,根据色谱图中每个特征峰列出对应的质谱峰,按附录 B 对这些质谱峰进行鉴定。

应注意给出的保留指数只起到指导作用。尽管保留指数可以用来预测保留时间,但主要还是应该由质谱来确定防老剂。

一些种类的防老剂是几种化合物的混合物而并非由单一化合物组成的,在这种情况下,气相色谱将会得到多种化合物的峰。含有的每种化合物的数量的比率(它将影响峰值响应比)取决于供应商和产品等级。

另外,也有只测试到防老剂分解物的情况。在这种情况下,防老剂鉴定应依靠每个分解物的特征质谱来确定。

另一种情况也需要考虑,就是在一种橡胶中可能含有一种以上防老剂的情况。

8 试验报告

试验报告应包括以下部分:

- a) 样品及来源情况。
- b) 测试方法:
 - 1) 所采用的标准号;
 - 2) 处理防老剂的方式(热解析或溶剂抽提)。
- c) 试验细节:
 - 1) 测试样品的数量;
 - 2) 本标准中未规定的操作步骤。
- d) 测试结果(防老剂名称)。
- e) 测试日期。

附 录 A
(规范性附录)
本标准涉及的防老剂

表 A.1 中概括地给出了本标准涉及的防老剂的名称,缩写,CAS 号,气相色谱测定的化合物特性,每个化合物质谱主峰的质荷比,特征化合物的保留指数。

表 A.1 本标准涉及的防老剂的详细情况

序号 ^a	名称	缩写(见 GB/T 21871)	CAS 号	出峰 序号 ^a	被测到的物质	特征质荷比		保留 指数
B1	2,2,4-三甲基-1,2-二氢喹啉聚合物	TMQ	26780-96-1	B1-1	2,2,4-三甲基-1,2-二氢喹啉	158	173	1 466
				B1-2	二聚体	158	331	2 725
				B1-3	三聚体	174	519	3 823
B2	6-乙氧基-1,2-二氢-2,2,4-三甲基喹啉	ETMQ	91-53-2	B2-1	6-乙氧基-1,2-二氢-2,2,4-三甲基喹啉	202	217	1 762
B3	丙酮二苯胺缩合物	ADPA	68412-48-6	B3-1	二苯胺	169		1 645
				B3-2	异丙基-二苯胺	196	211	1 911
				B3-3	9,9 二甲基吖啶	194	209	1 963
				B3-4	未知	236	251	2 175
B4	二苯胺、苯胺、丙酮反应物	—	—	B4-1	二苯胺	169		1 644
				B4-2	9,9 二甲基吖啶	194	209	1 963
				B4-3	未知	331	348	2 722
				B4-4	未知	363	378	3 738
B5	N-苯基- α -萘胺	PAN	90-30-2	B5-1	苯基-1-萘胺	219		2 205
B6	烷基化二苯胺	—	68921-45-9	B6-1	二苯胺	169		1 645
				B6-2	4,4-二丁基-二苯胺	210	281	2 326
				B6-3	4,4-二辛基-二苯胺	322	393	3 004
B7	辛基化二苯胺	ODPA	106-67-7	B7-1	4,4 二辛基二苯胺	322	393	3 009
B8	4,4'-双(α , α -二甲基苄基)二苯胺	—	10081-67-1	B8-1	4,4'-双(α , α -二甲基苄基)二苯胺	390	405	3 655
B9	4-甲基-N-[4-(苯胺基)苯基]苯磺酰胺	—	100-93-6	B9-1	N-苯基-对苯二胺	184		1 986
				B9-2	4-甲基-N-[4-(苯胺基)苯基]苯磺酰胺	183	338	3 337
B10	N,N'-二(2-萘基)对苯二胺	DNPD	93-46-9	B10-1	N,N'-二(2-萘基)对苯二胺	360		4 124
B11	N,N-二苯基对苯二胺	DPPD	74-31-7	B11-1	N,N-二苯基对苯二胺	260		2 736

表 A.1 (续)

序号 ^a	名称	缩写(见 GB/T 21871)	CAS 号	出峰 序号 ^a	被测到的物质	特征质荷比		保留 指数
B12	<i>N</i> -异丙基- <i>N'</i> -苯基 对苯二胺	IPPD	101-72-4	B12-1	<i>N</i> -苯基- <i>N'</i> -异丙基- 对苯二胺	211	226	2 153
B13	<i>N</i> -(1,3-二甲基丁 基)- <i>N'</i> -苯基对苯 二胺	6PPD	793-24-8	B13-1	<i>N</i> -(1,3-二甲基丁 基)- <i>N'</i> -苯基对苯 二胺	211	268	2 391
B14	4-(2-辛氨基)联苯胺	—	15233-47-3	B14-1	4-(2-辛氨基)联苯胺	211	296	2 657
B15	二甲苯基对苯二胺 混合物	—	68953-84-4	B15-1	<i>N,N'</i> -二苯基对苯 二胺	260		2 728
				B15-2	<i>N,N'</i> -二甲苯基对 苯二胺	288		2 810
				B15-3	<i>N,N'</i> -二甲苯基对 苯二胺(异构体)	288		2 880
B16	2,6-二叔丁基对甲基 苯酚	BHT	128-37-0	B16-1	2,6-二叔丁基对甲基 苯酚	205	220	1 528
B17	2,6-二叔丁基-4-乙 基苯酚		4130-42-1	B17-1	2,6-二叔丁基-4-乙 基苯酚	219	234	1 577
B18	苯乙烯化苯酚	SPH	61788-44-1	B18-1	α -甲苄基苯酚	183	198	1 744
				B18-2	二- α -甲苄基苯酚	287	302	2 530
				B18-3	三- α -甲苄基苯酚	391	406	3 082
B19	β -(3,5-二叔丁基-4- 羟基苯基)丙酸正十 八碳醇酯	—	2082-79-3	B19-1	β -(3,5-二叔丁基-4- 羟基苯基)丙酸正十 八碳醇酯	515	530	3 628
B20	2-叔丁基-6-(3-叔丁 基-5-甲基-2-羟苯基)- 4-甲基苯基丙烯酸酯	—	61167-58-6	B20-1	2-叔丁基-6-(3-叔丁 基-5-甲基-2-羟苯基)- 4-甲基苯基丙烯酸酯	361	394	2 608
B21	2,2'-亚甲基双(4-乙 基-6-叔丁基苯酚)	<i>o</i> -MBp24	88-24-4	B21-1	2,2'-亚甲基双(4-乙 基-6-叔丁基苯酚)	191	368	2 549
B22	2,2'-亚甲基双-(4-甲 基-6-叔丁基苯酚)	<i>o</i> -MBp14	119-47-1	B22-1	2,2'-亚甲基双-(4-甲 基-6-叔丁基苯酚)	177	340	2 457
B23	4,4'-亚丁基双(6-叔 丁基间甲酚)	<i>p</i> -BBp14	85-60-9	B23-1	4,4'-亚丁基双(6-叔 丁基-3-甲基苯酚)	339	382	2 736
B24	4,4'-硫代双(2-叔丁 基间甲酚)	<i>p</i> -TBp14	96-69-5	B24-1	4,4'-硫代双(6-叔丁 基-3-甲基-苯酚)	343	358	2 820
B25	对甲酚和双环戊二 烯共聚物	—	68610-51-5	B25-1	2-2'-环戊二烯基-双- (6-叔丁基-4-甲基苯 酚)	445	460	3 746

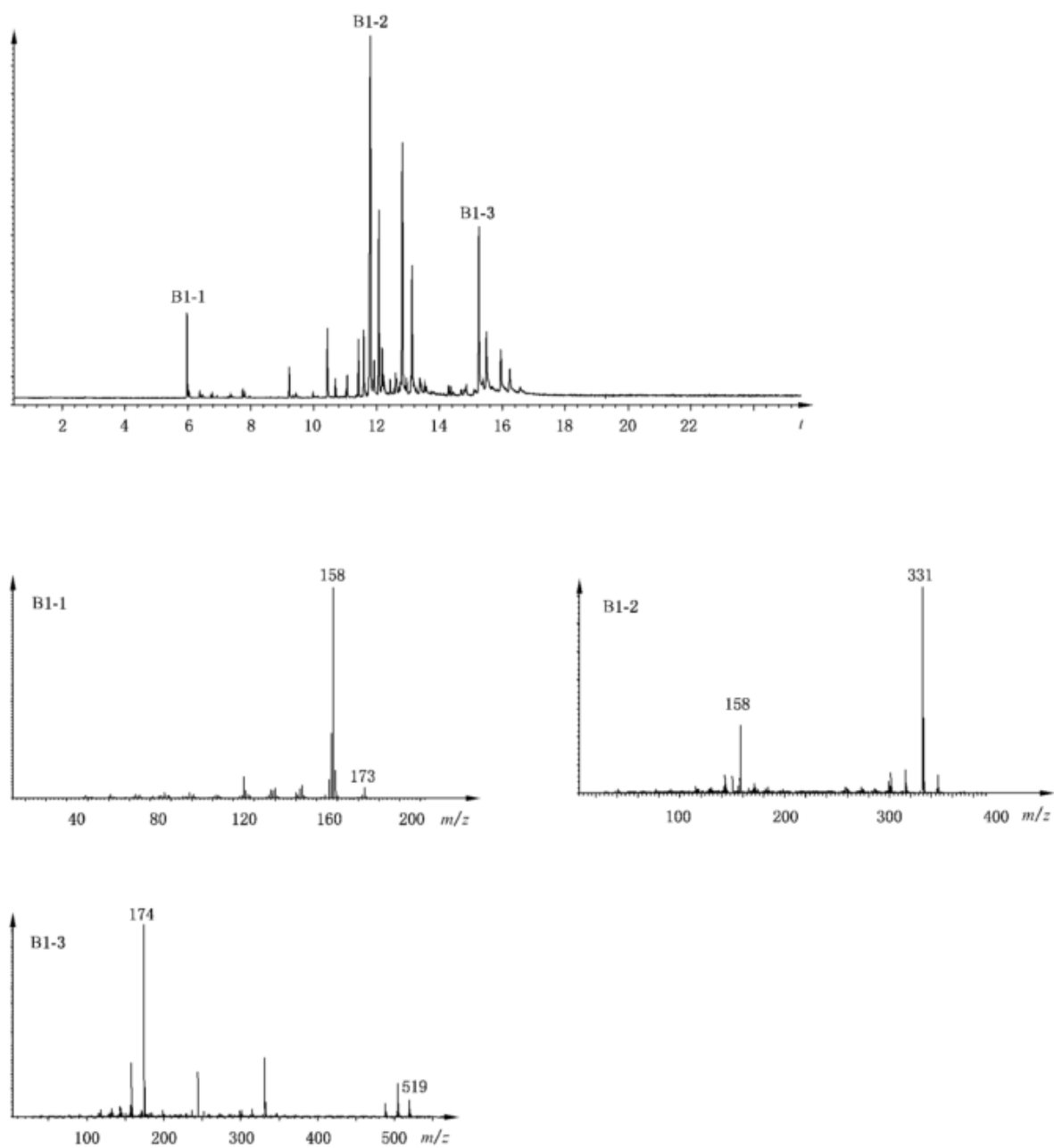
表 A.1 (续)

序号 ^a	名称	缩写(见 GB/T 21871)	CAS 号	出峰 序号 ^a	被测到的物质	特征质荷比		保留 指数
B26	2,2'-亚甲基二[4-甲 基-6-(1-甲 基 环 己 基)苯酚]	<i>o</i> -MBp1(1C)	77-62-3	B26-1	2,2'-亚甲基二[4-甲 基-6-(1-甲 基 环 己 基)苯酚]	217	420	3 327
B27	2,5-二叔丁基对苯 二酚	DBHQ	88-58-4	B27-1	未知	205	220	1 483
				B27-2	2,5-二叔丁基对苯 二酚	207	222	1 814
B28	2,5-二叔戊基氢醌	DAHQ	79-74-3	B28-1	2,5-二苯基-对苯醌	177	248	1 680
				B28-2	2,5-二叔戊基氢醌	221	250	1 982
B29	三丁基硫脲	—	2422-88-0	B29-1	二正丁基胺	86	129	960
				B29-2	异硫氰酸丁酯	72	115	1 003
B30	硫代二丙酸双月 桂酯	DLTDP	123-28-4	B30-1	硫代二丙酸双月 桂酯	329	514	3 629
B31	丁基羟基茴香醚	BHA	25013-16-5	B31-1	3-叔丁基-4-羟基茴 香醚	165	180	1 495
^a 见附录 B。								

附 录 B
(资料性附录)
色谱和质谱图

图 B.1~图 B.31 给出了本标准所涉及防老剂的色谱图和质谱图。这些色谱图和质谱图是在下列条件下获得的:

- a) 热解析装置:Frontier-LAB PY-2020 iD 型;
热解温度:350 ℃。
- b) 捕获装置:不使用。
- c) 气相色谱-质谱仪:安捷伦 6890 和安捷伦 5973;
载气流速:1.0 mL/min;
总流速:300 mL/min(分流比 1/300);
进样口温度:320 ℃;
烘箱温度程序:初始温度 40 ℃,以 20 ℃/min 加热升至 320 ℃,在 320 ℃下保持 10 min;
接口温度:300 ℃;
电离方法:EI;
离子源温度:250 ℃;
电离电压:70 eV;
扫描范围:质荷比(m/z):29~600。
- d) 色谱柱:Frontier-LAB Ultra ALLOY-5;
——柱长:30 m;
——直径:0.25 mm;
——固定相:5%联苯-95%聚二甲基硅氧烷;
——膜厚:0.25 μm。

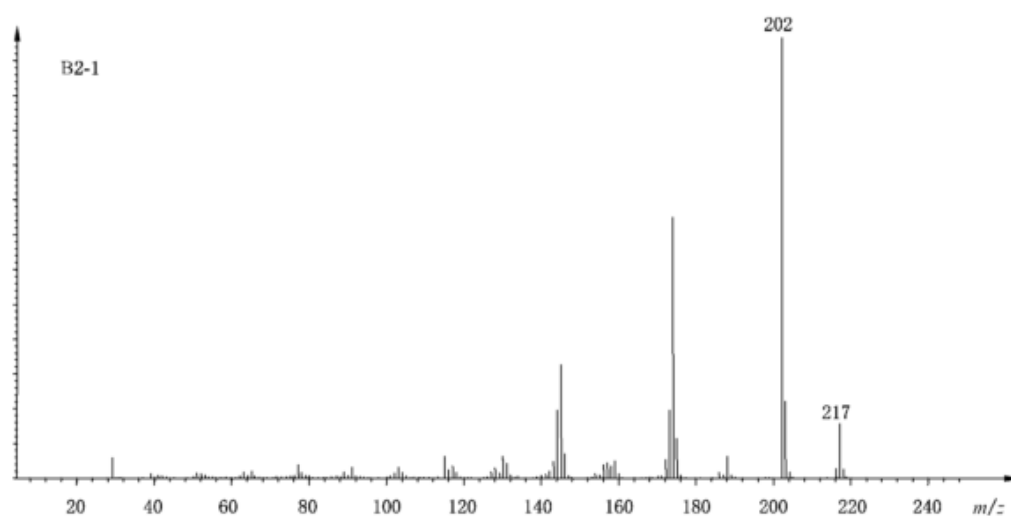
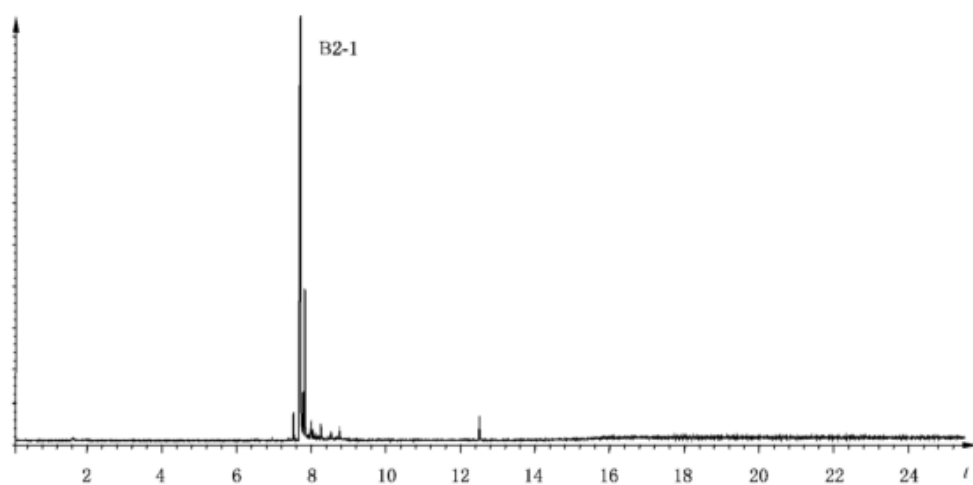


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.1 2,2,4-三甲基-1,2-二氢喹啉聚合物

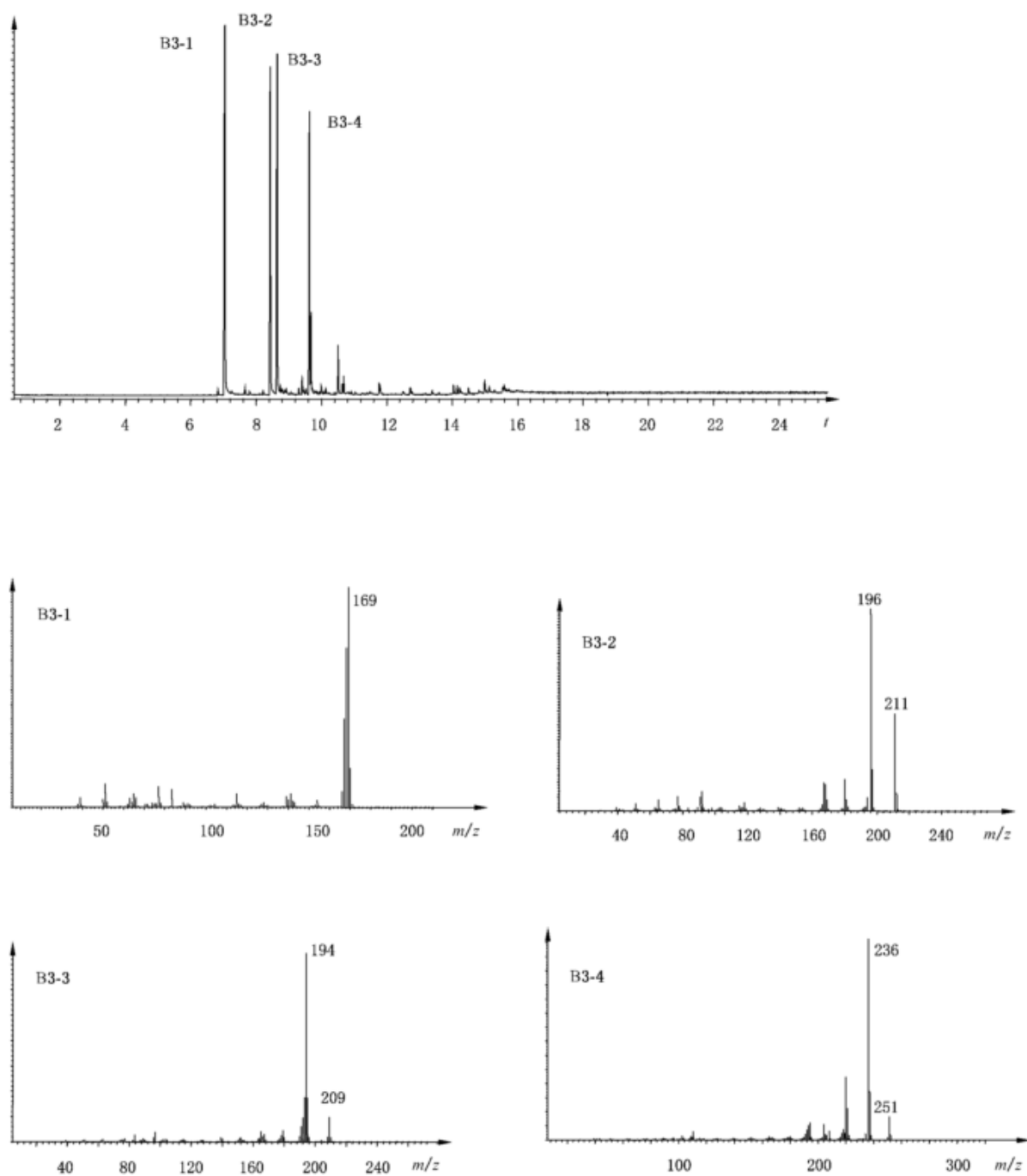


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.2 6-乙氧基-1,2-二氢-2,2,4-三甲基嘧啶

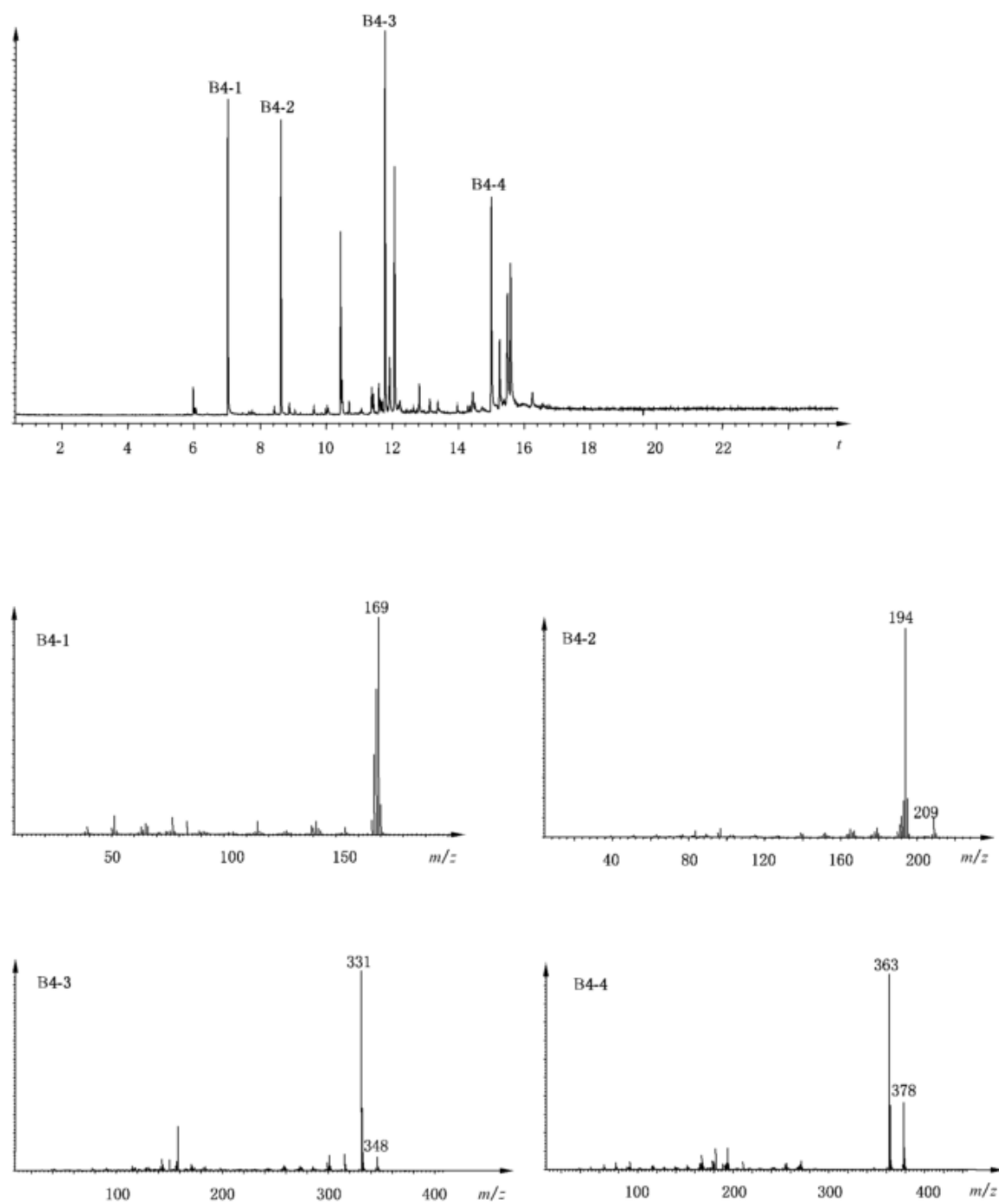


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.3 丙酮二苯胺缩合物

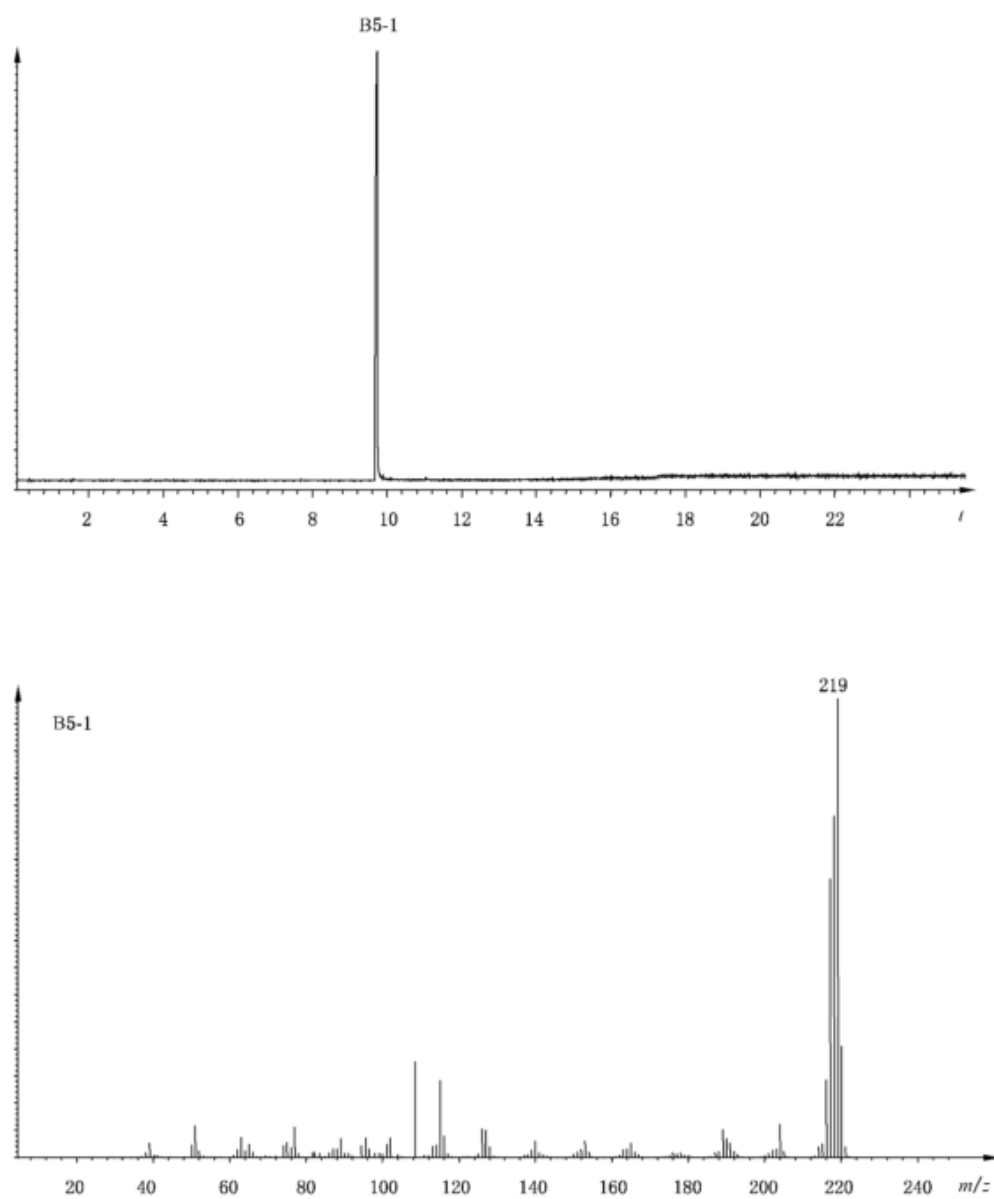


说明:

t ——保留时间;

m/z ——质荷比。

图 B.4 二苯胺、苯胺、丙酮反应物

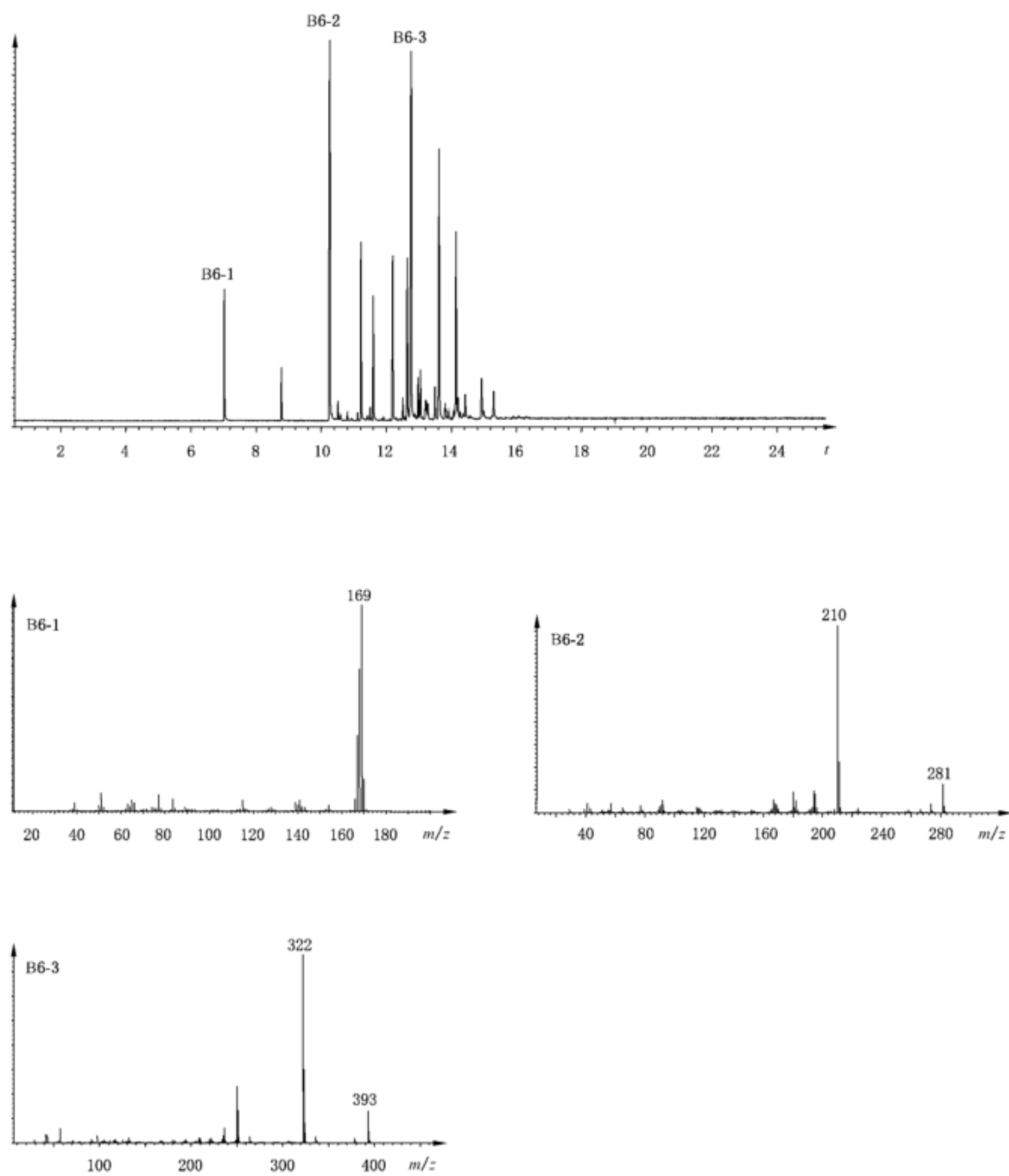


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.5 N -苯基- α 萘胺

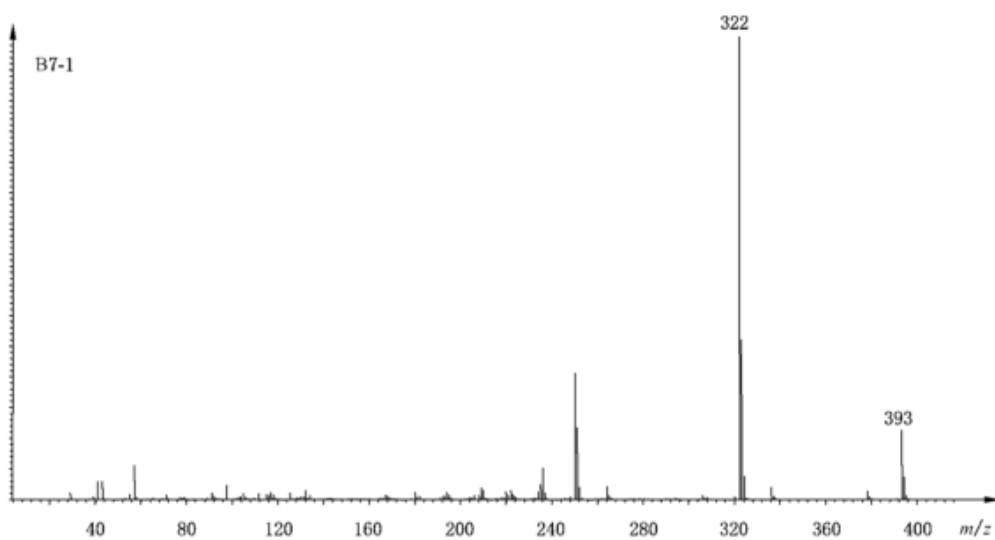
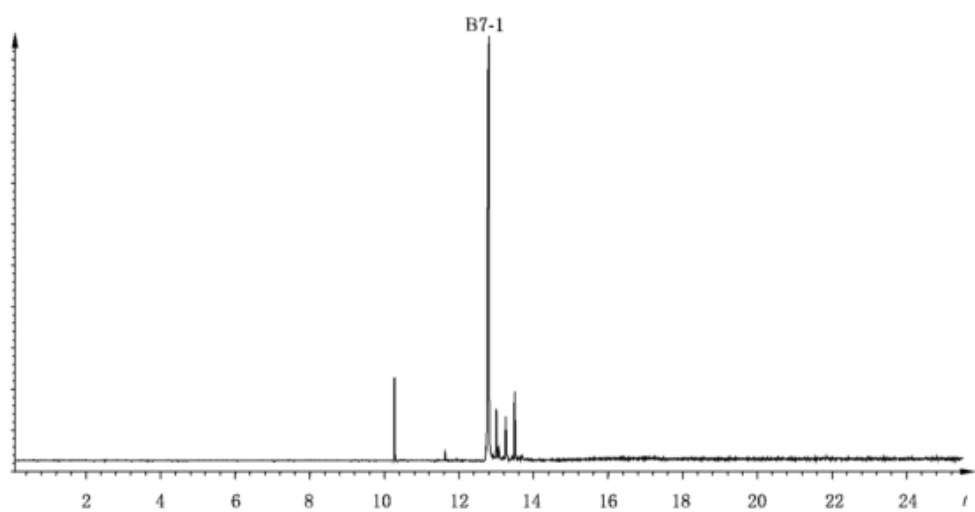


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.6 烷基化二苯胺

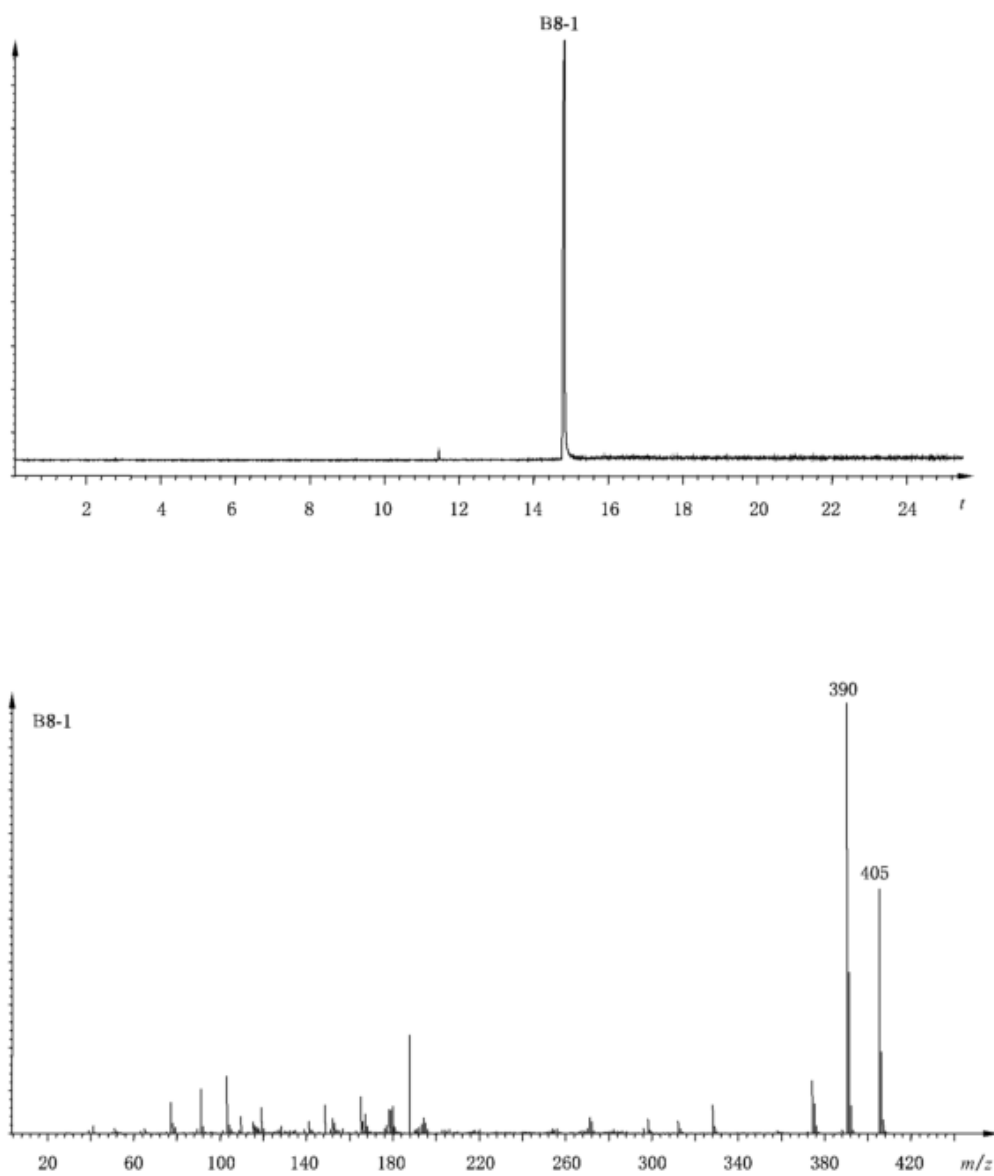


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.7 辛基化二苯胺



说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.8 4,4'-双(α,α -二甲基苄基)二苯胺

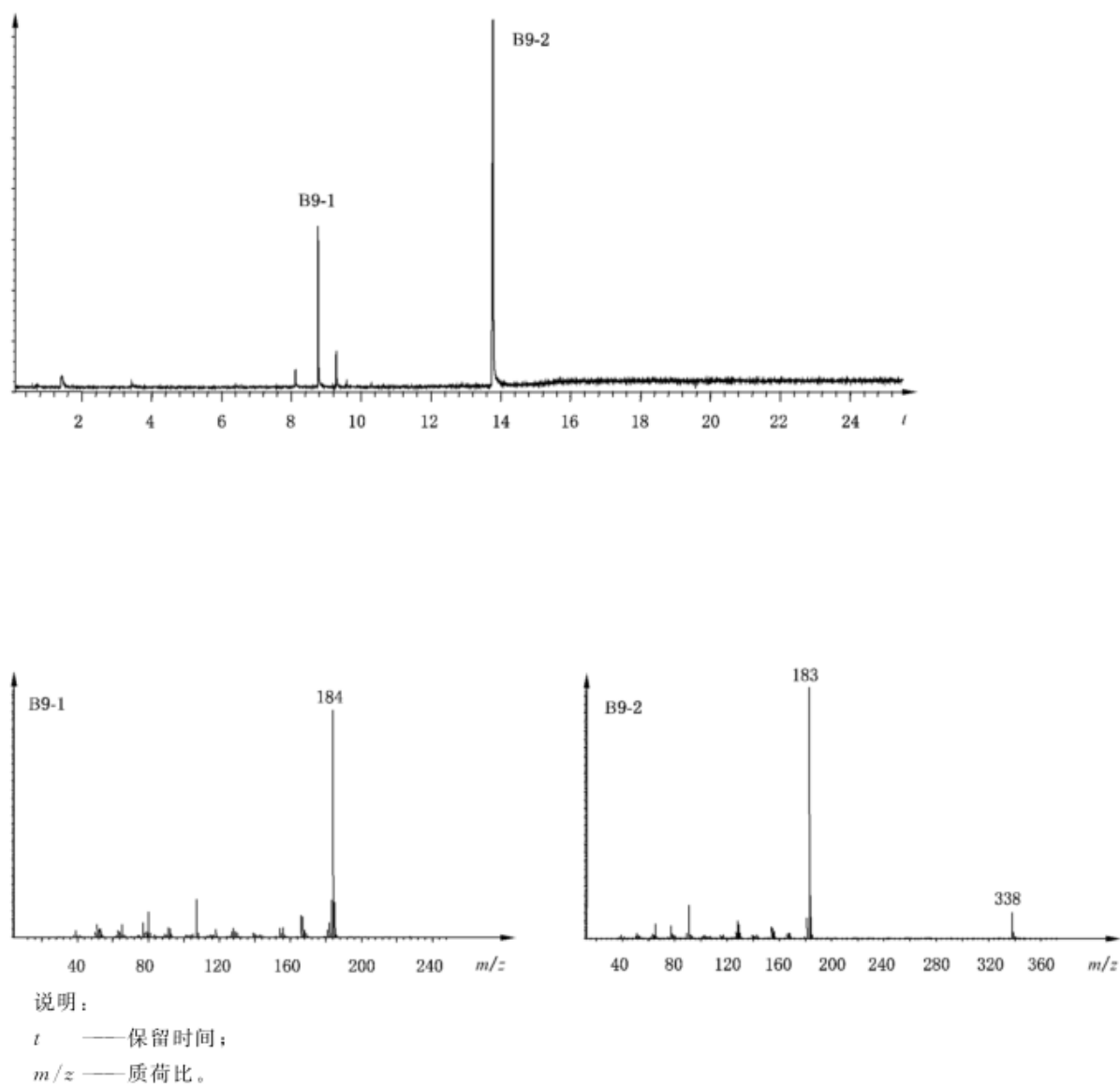
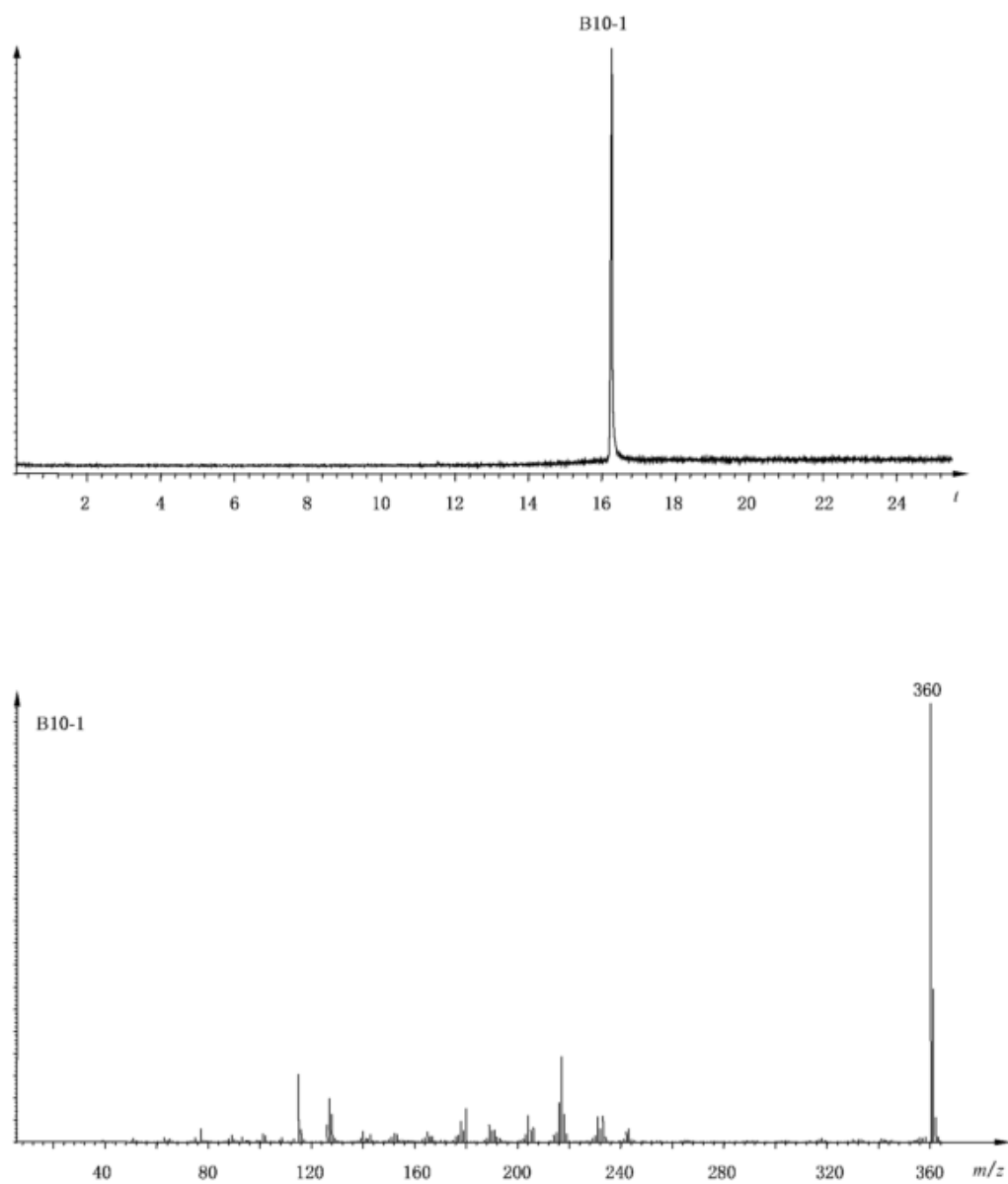


图 B.9 4-甲基-*N*-[4-(苯胺基)苯基]苯磺酰胺

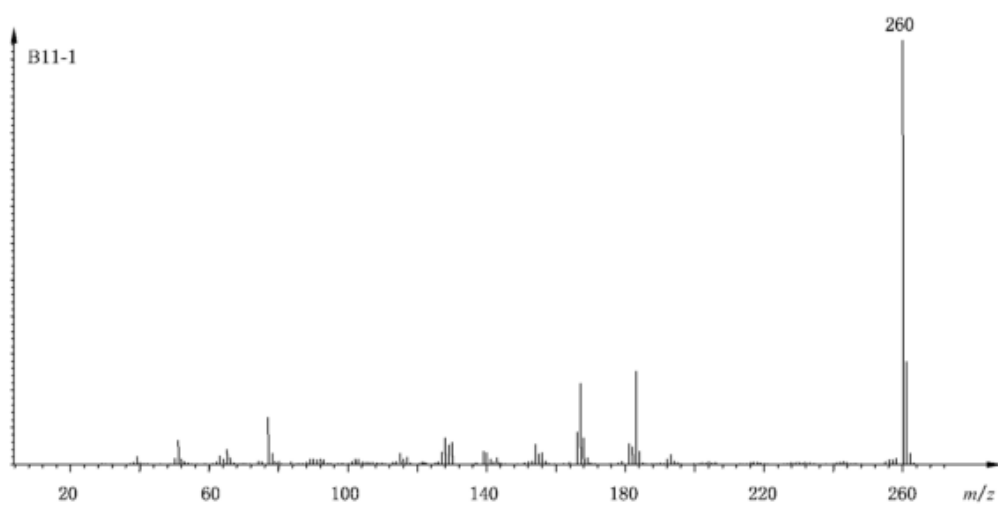
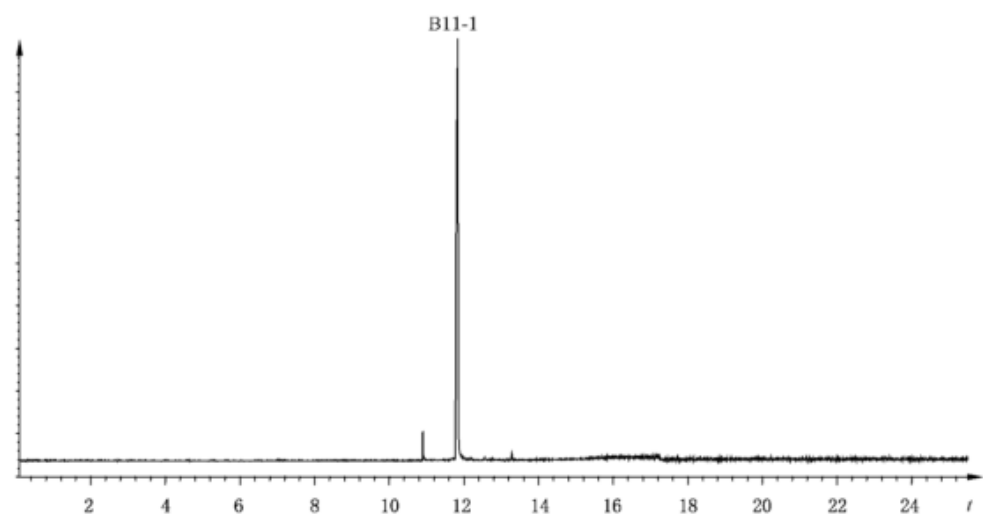


说明:

t ——保留时间;

m/z ——质荷比。

图 B.10 N,N' -二(2-萘基)对苯二胺

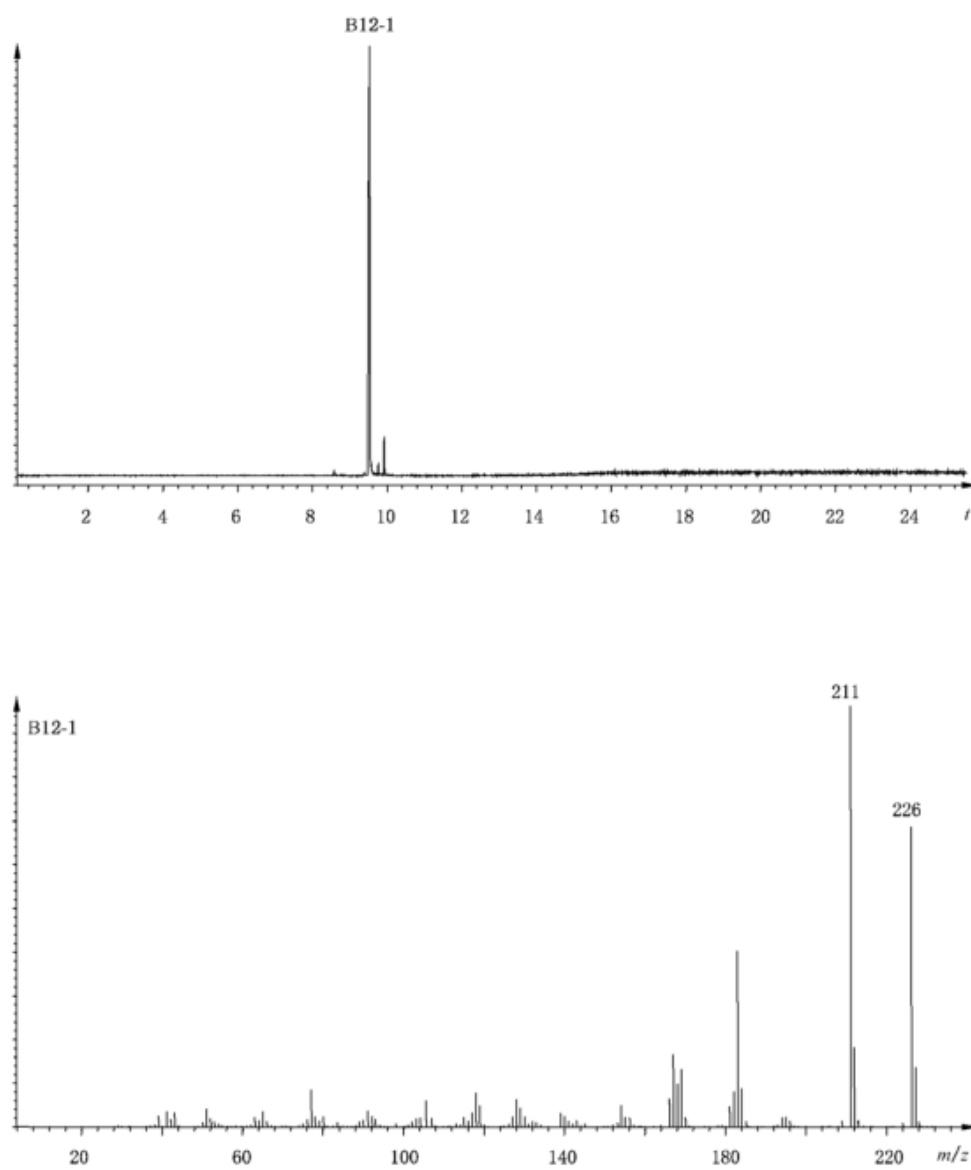


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.11 N,N -二苯基对苯二胺

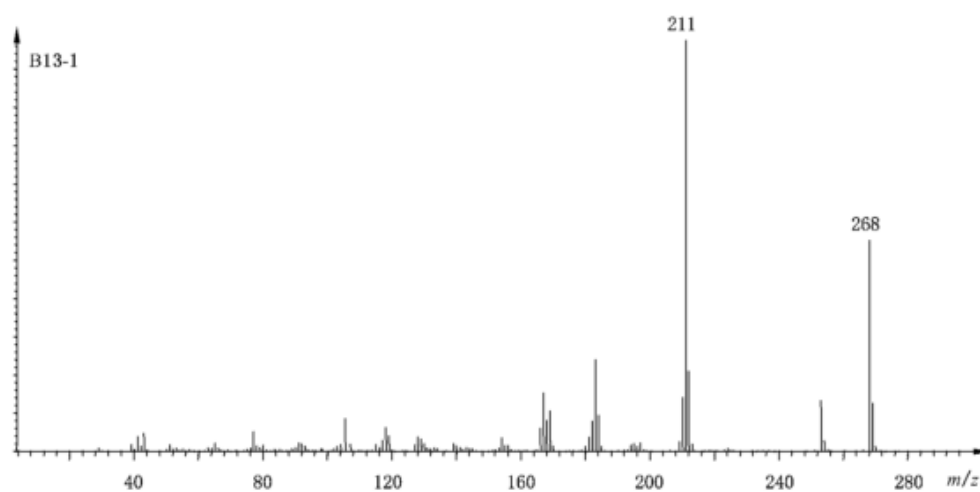
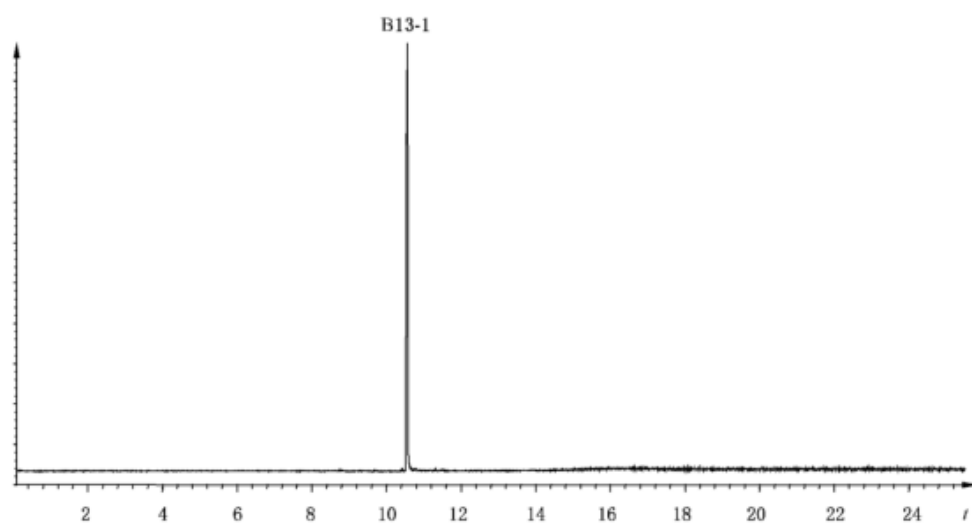


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.12 N -异丙基- N' -苯基对苯二胺

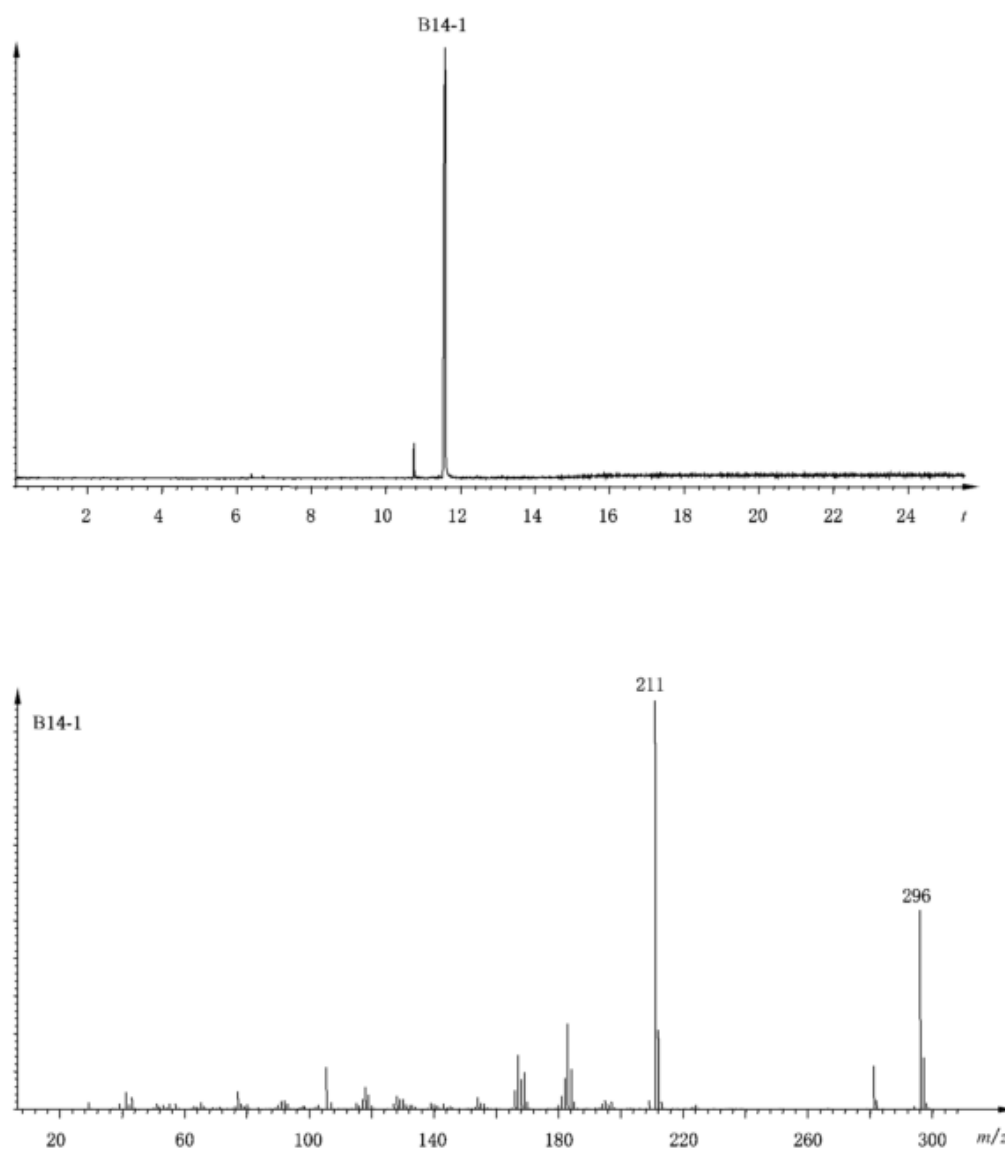


说明：

t —— 保留时间；

m/z —— 质荷比。

图 B.13 N -(1,3-二甲基丁基)- N' -苯基对苯二胺



说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.14 4-(2-辛氨基)联苯胺

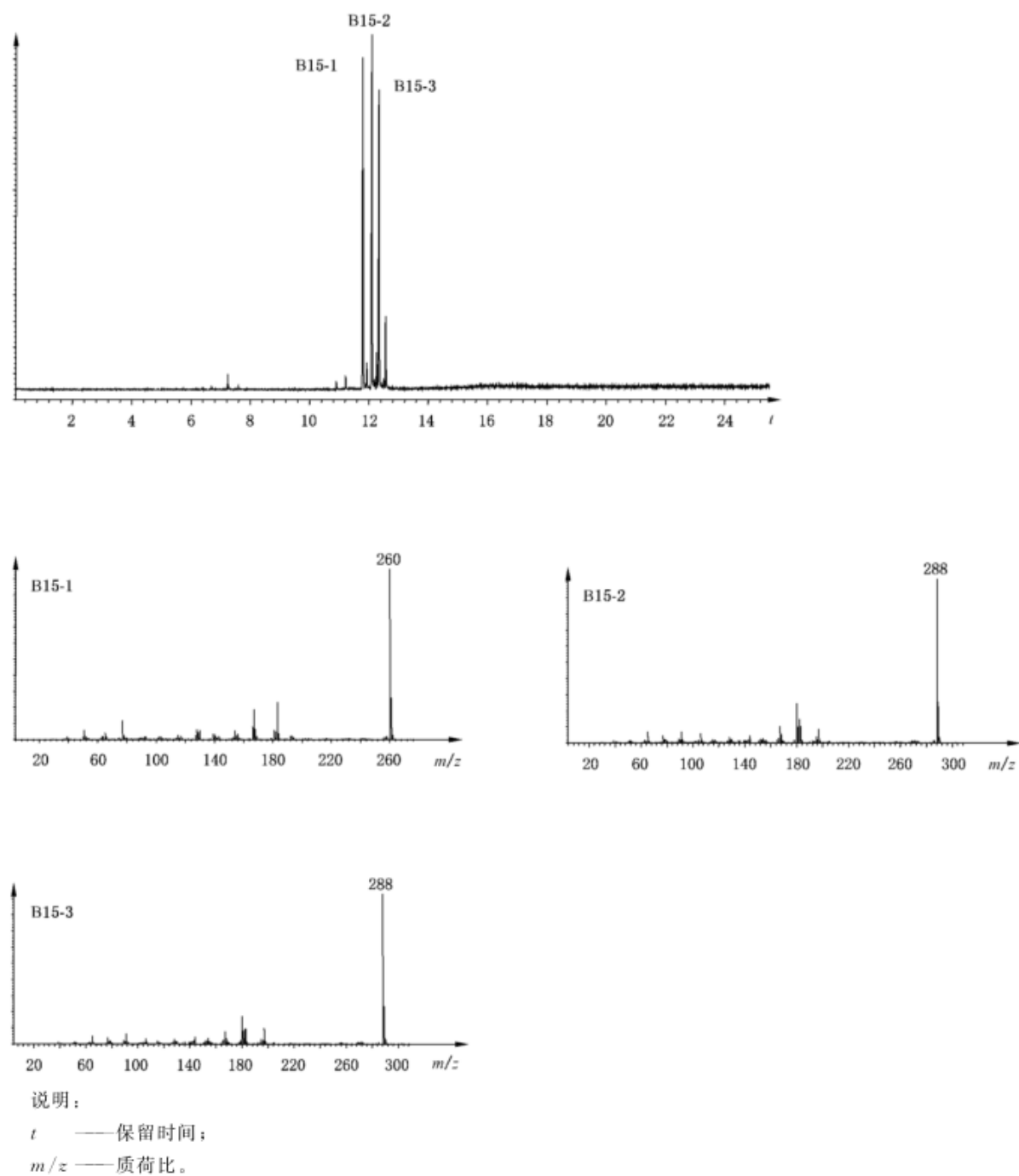
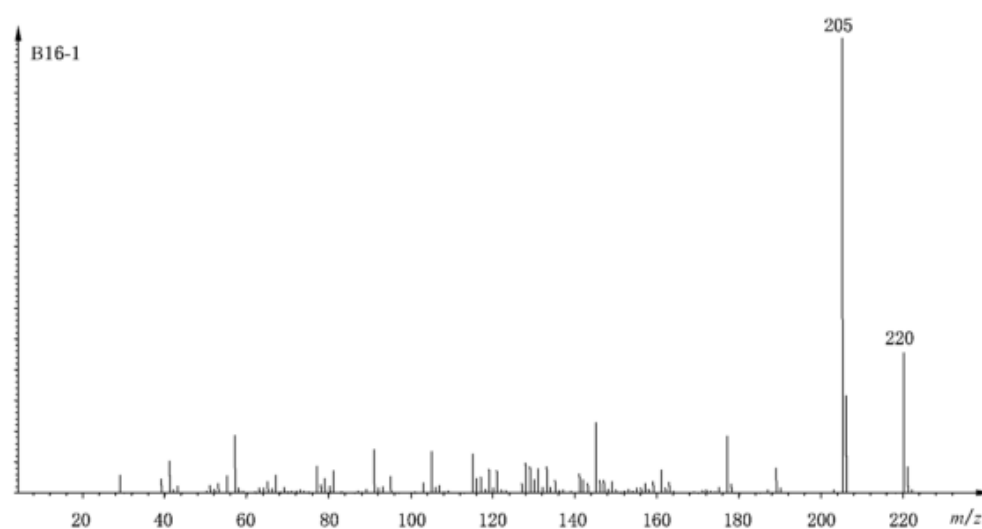
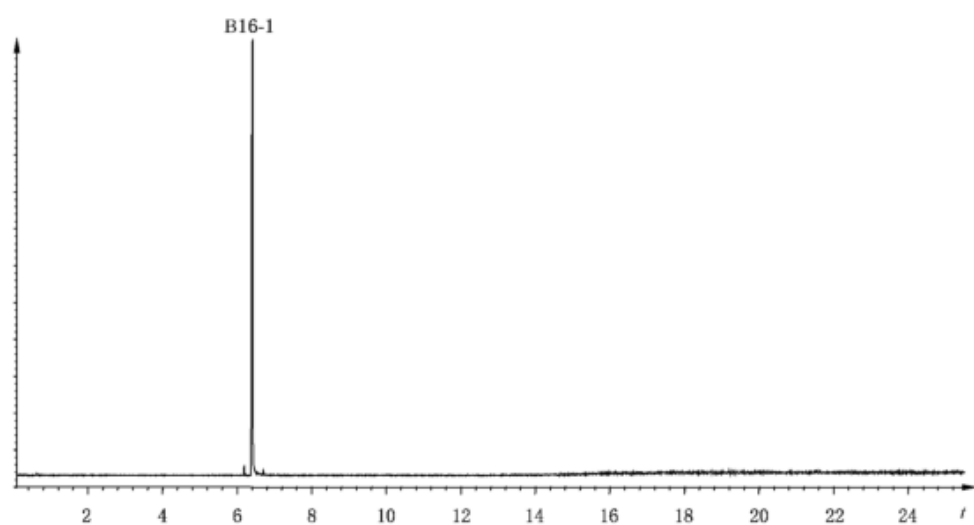


图 B.15 二甲苯基对苯二胺混合物

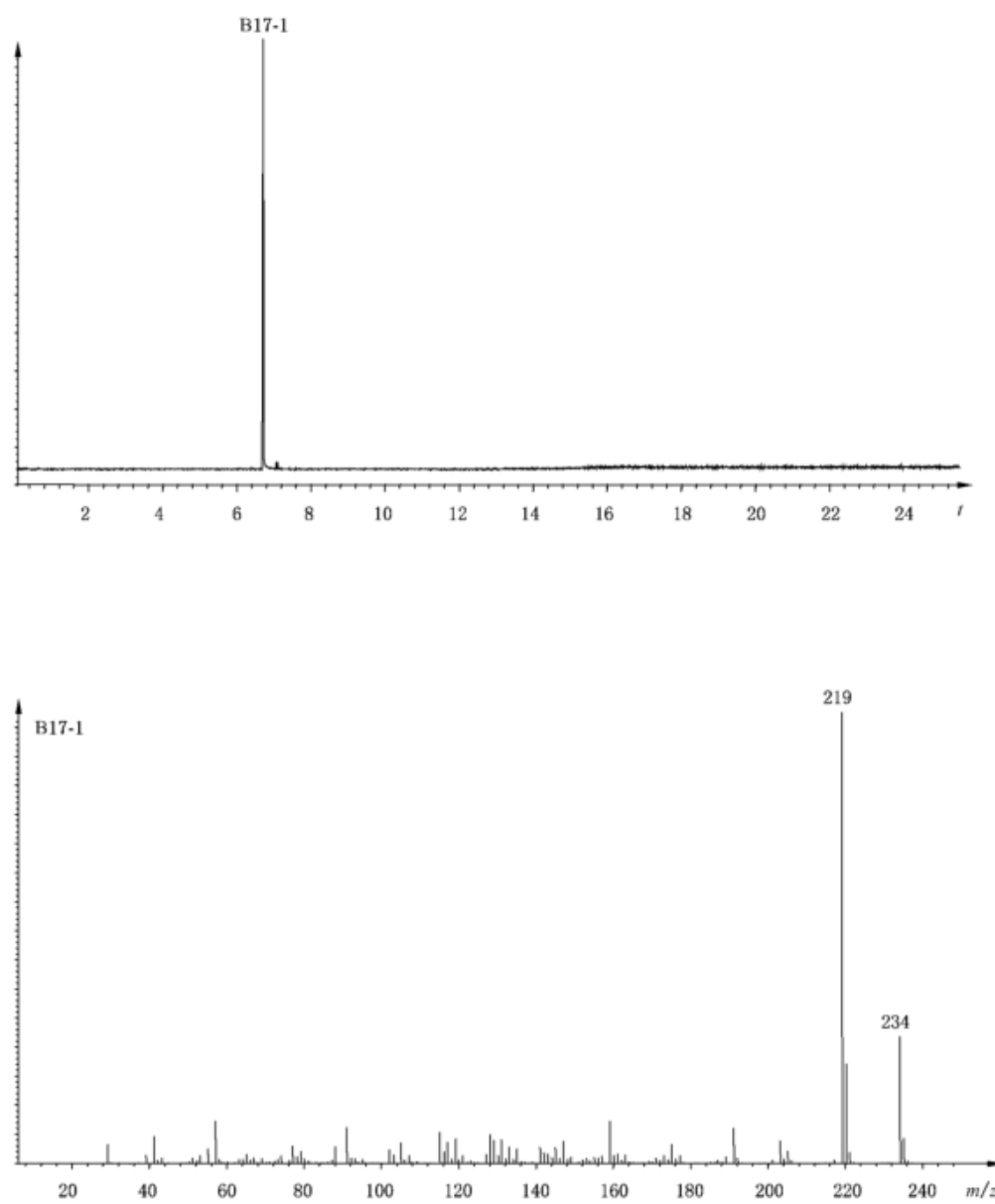


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.16 2,6-二叔丁基对甲苯酚

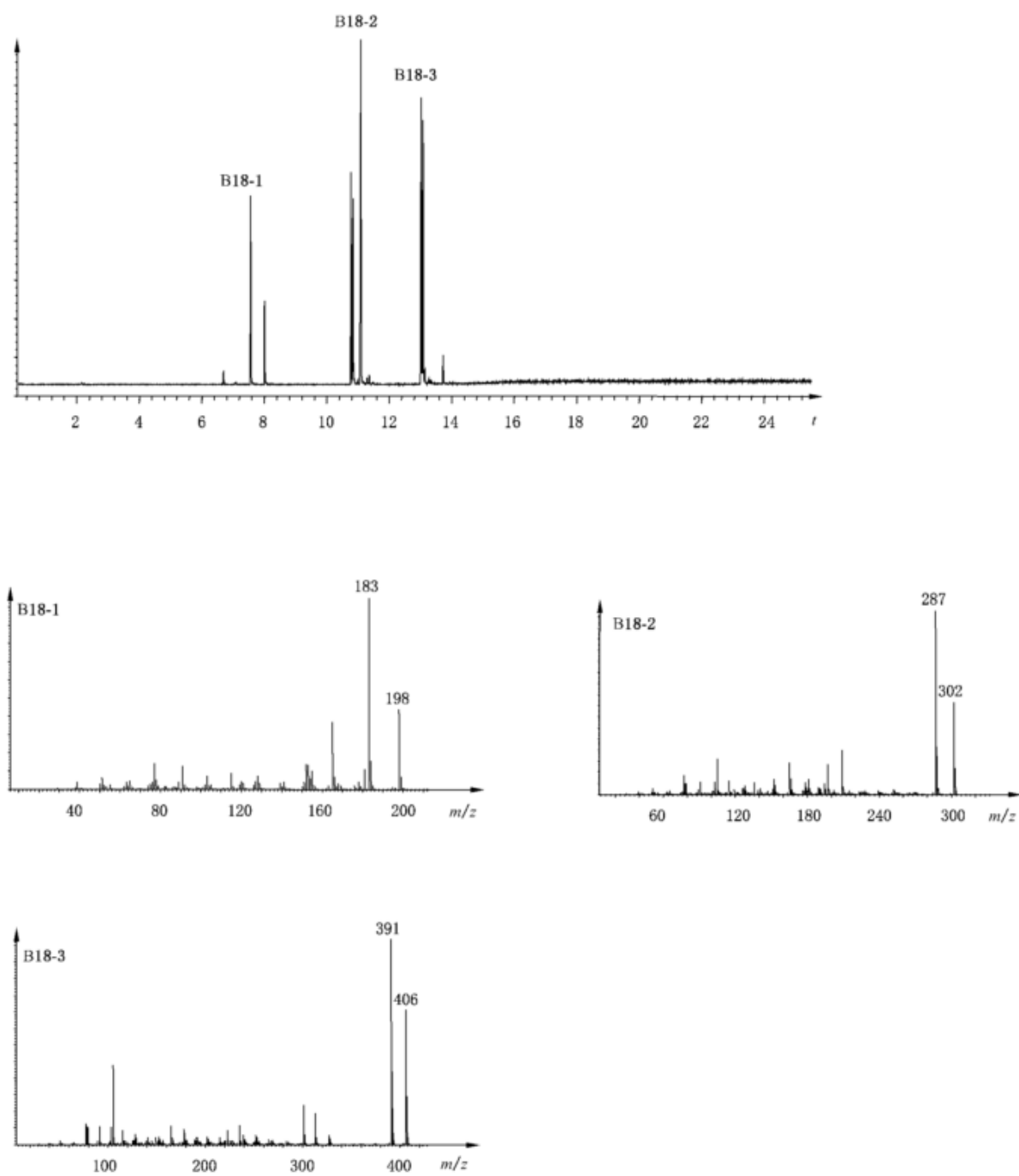


说明:

t ——保留时间;

m/z ——质荷比。

图 B.17 2,6-二叔丁基-4-乙基苯酚

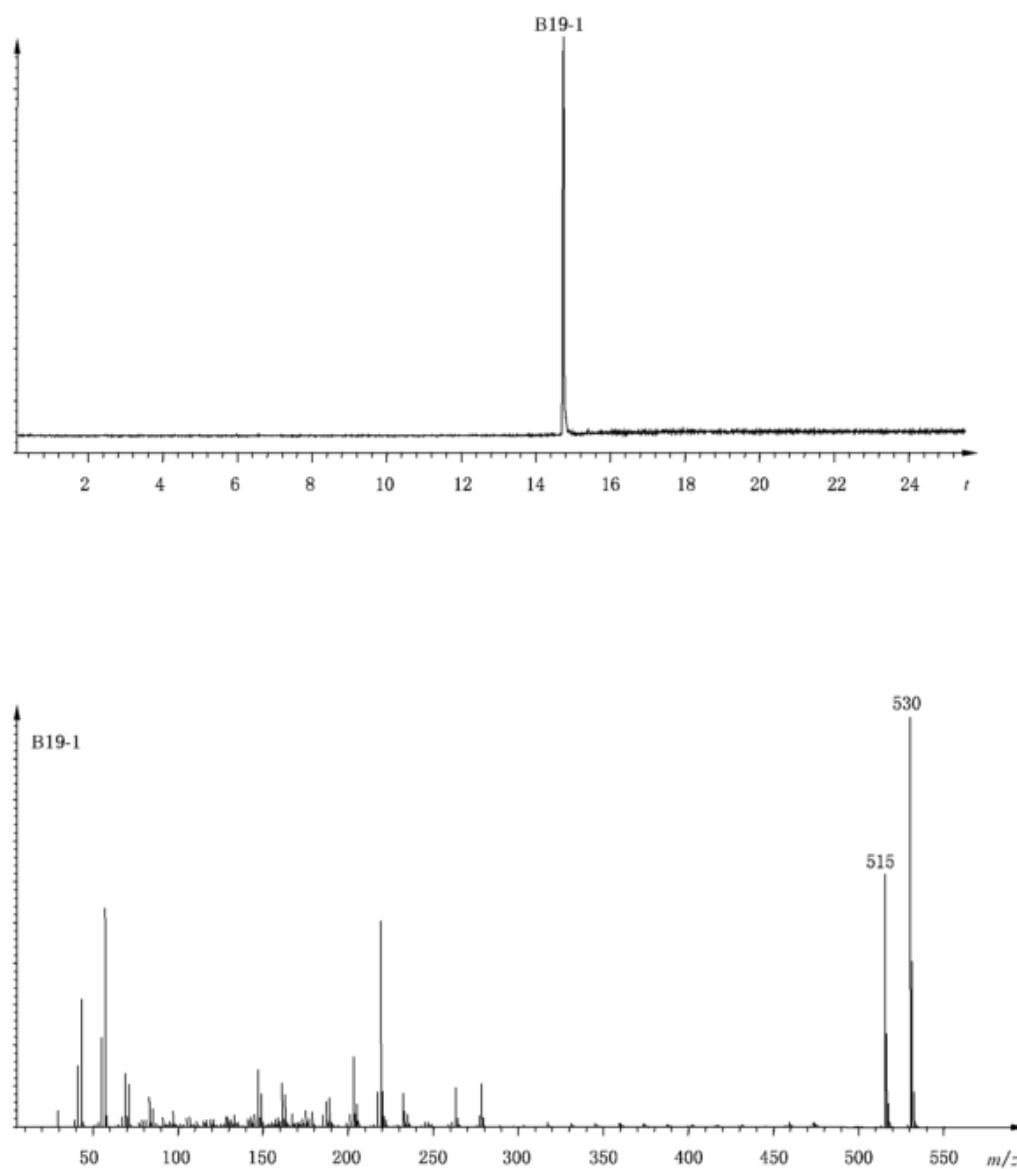


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.18 苯乙烯化苯酚

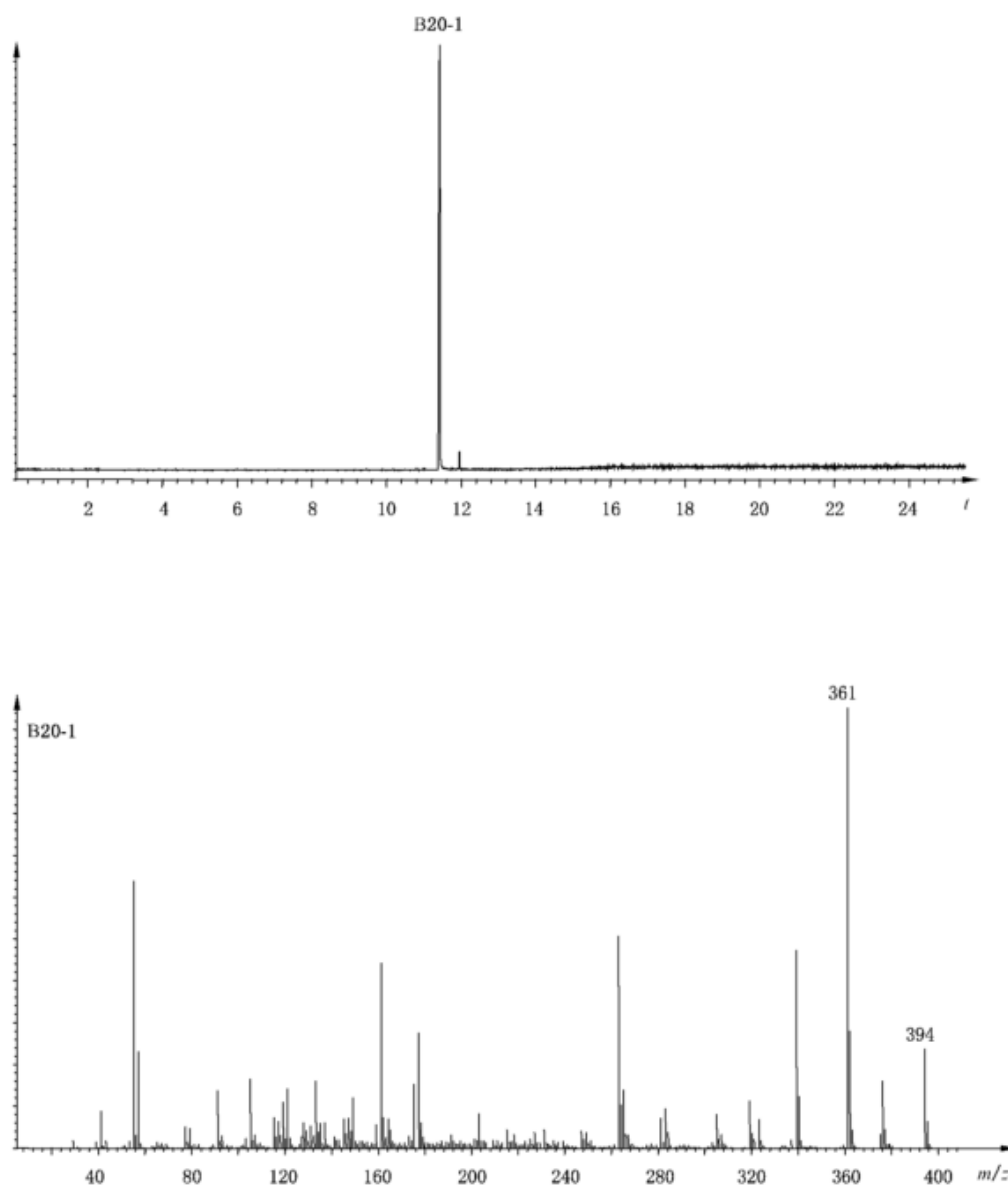


说明：

t —— 保留时间；

m/z —— 质荷比。

图 B.19 β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八碳醇酯

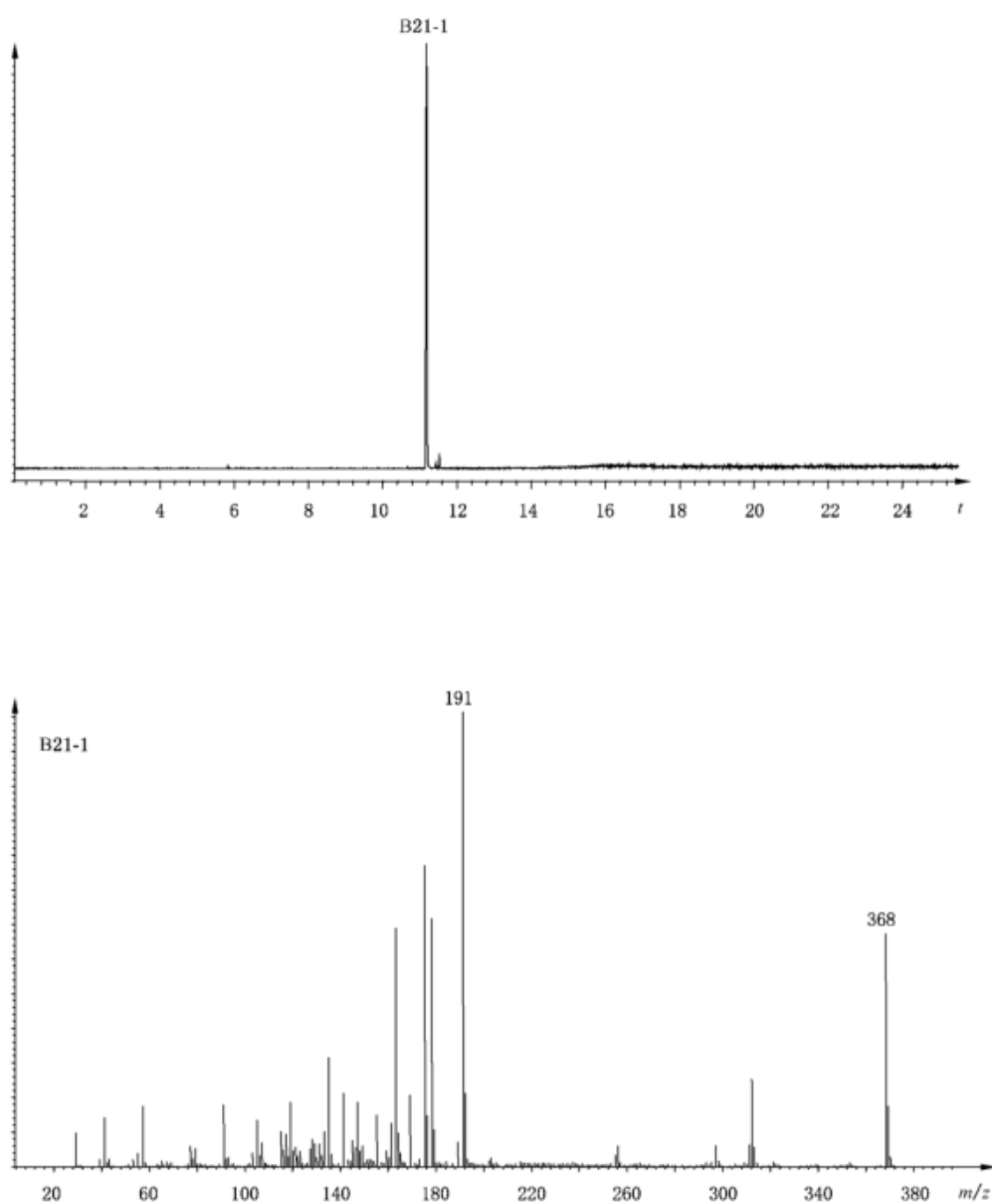


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.20 2-叔丁基-6-(3-叔丁基-5-甲基-2-羟苯基)-4-甲基苯基丙烯酸酯

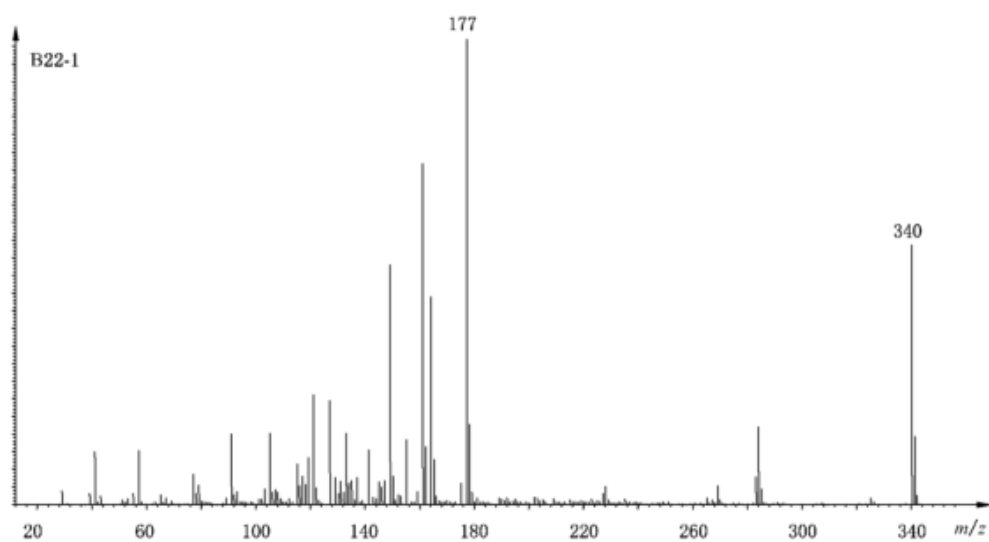
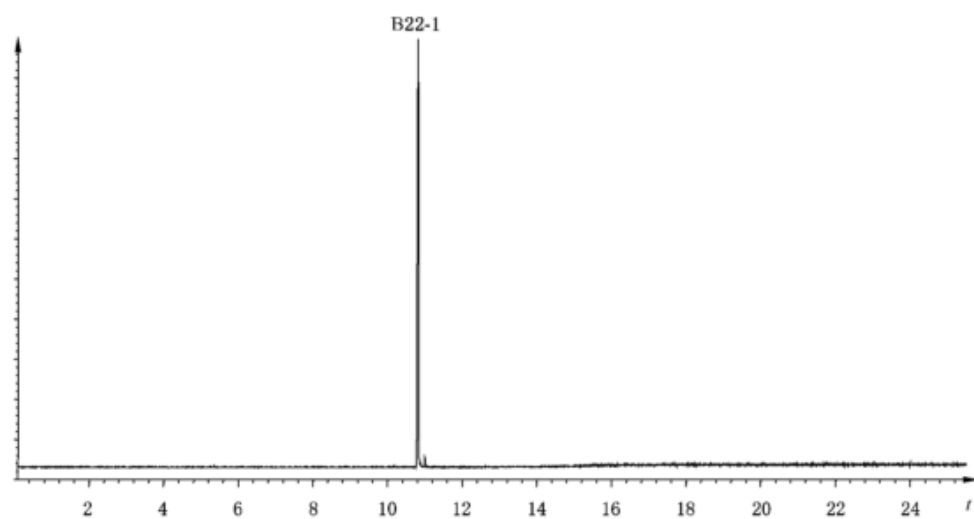


说明:

t ——保留时间;

m/z ——质荷比。

图 B.21 2,2'-亚甲基双(4-乙基-6-叔丁基苯酚)

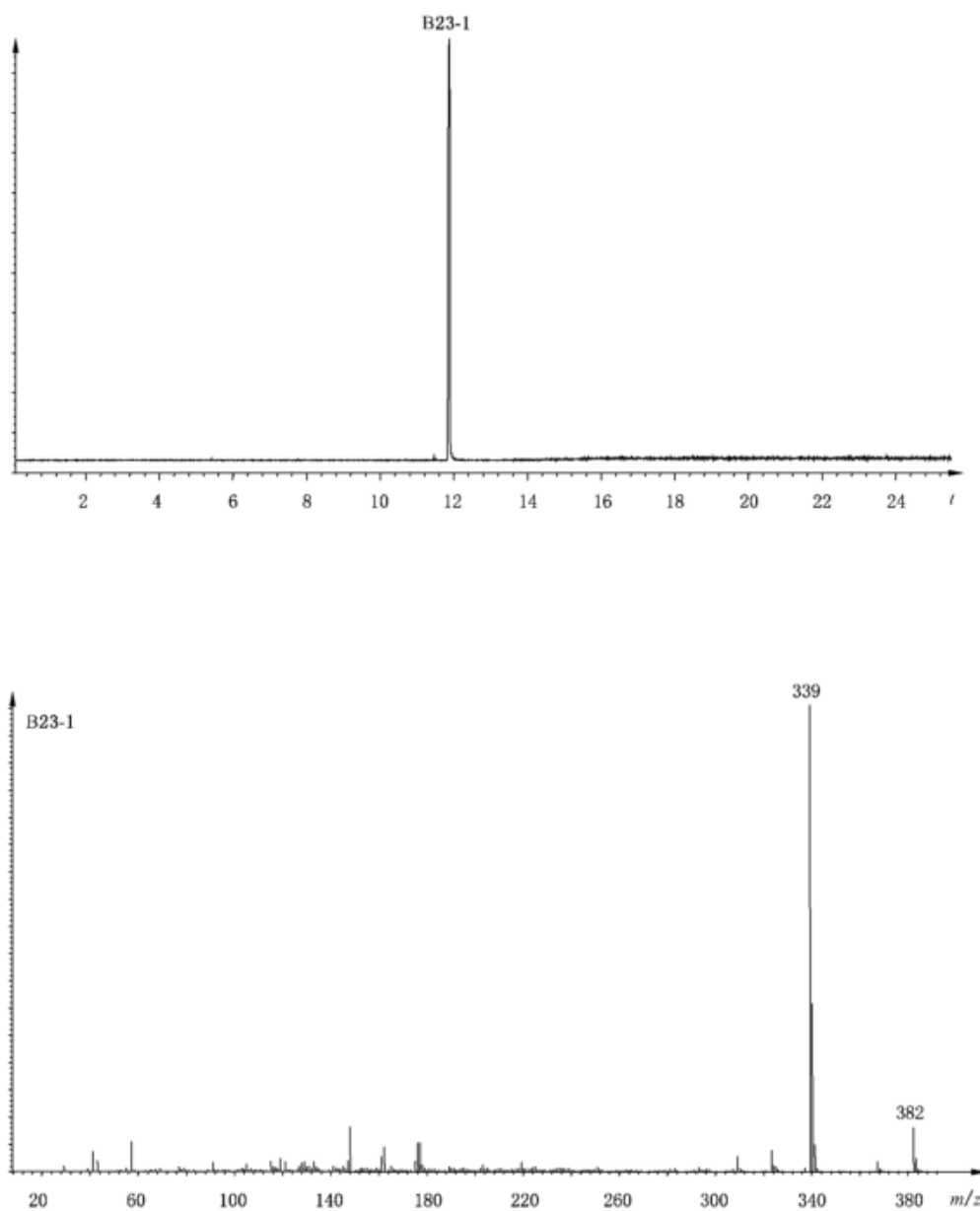


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.22 2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚)

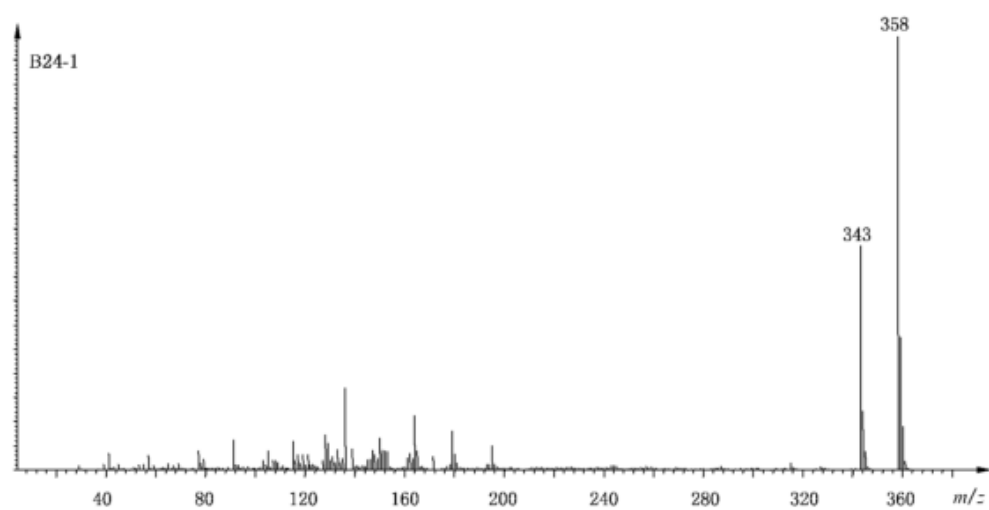
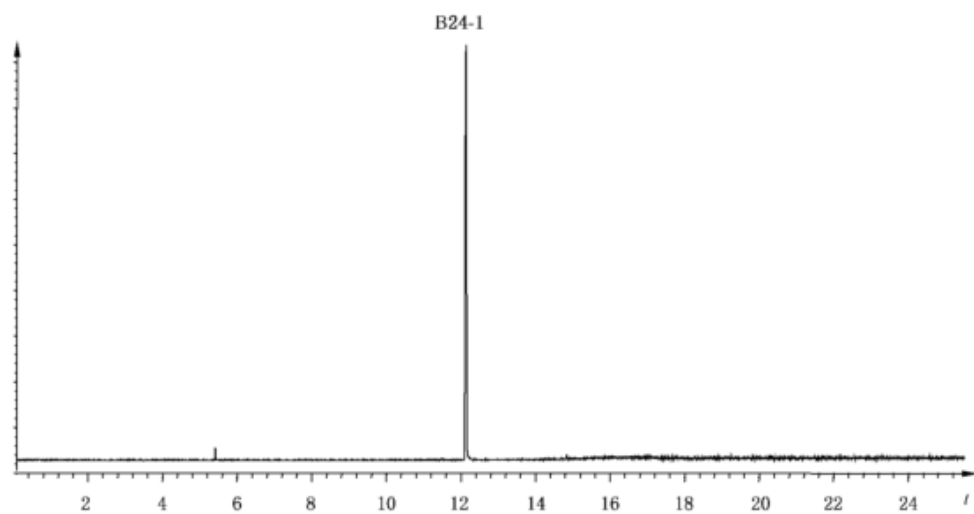


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.23 4,4'-亚丁基双(6-叔丁基间甲酚)

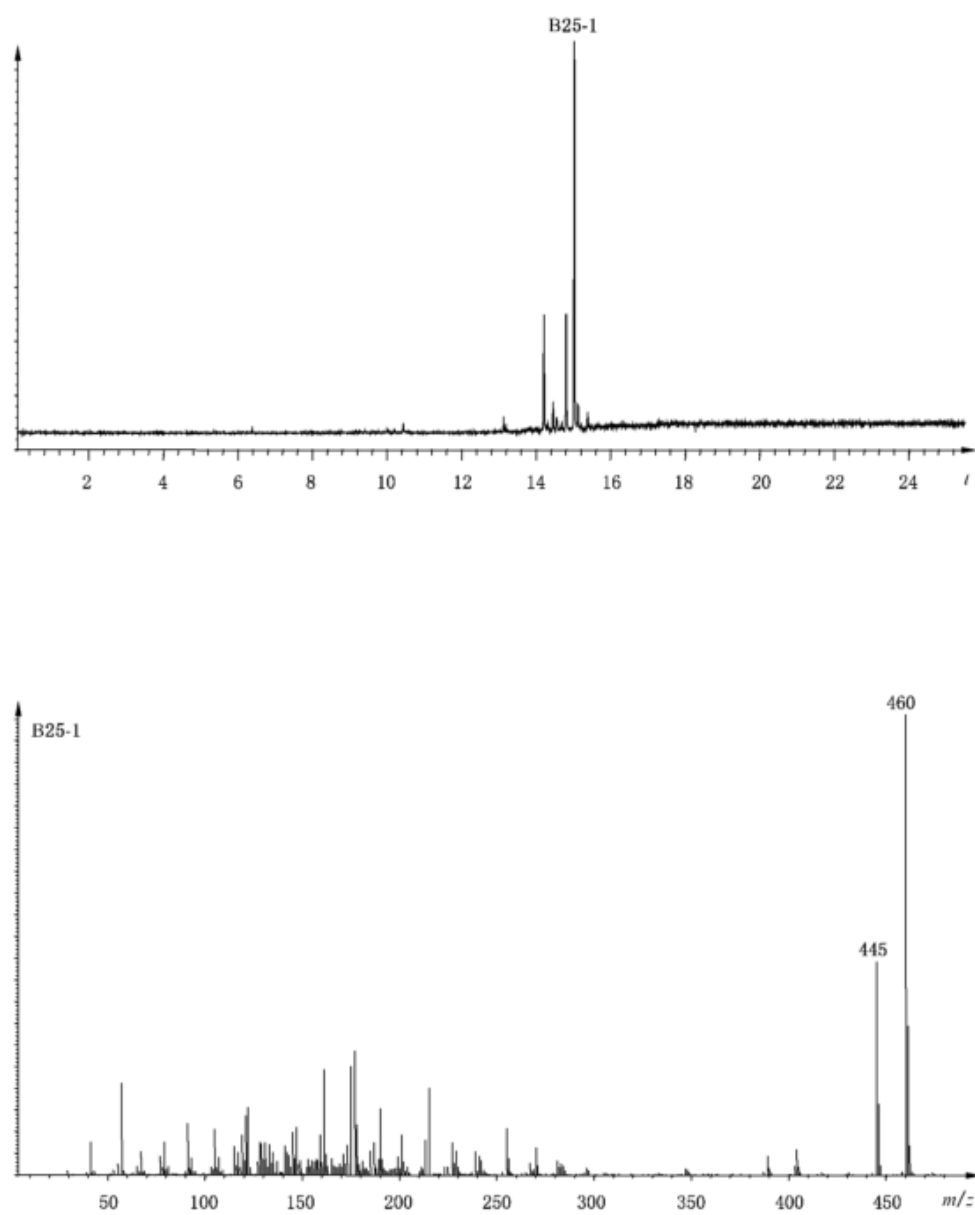


说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.24 4,4'-硫代双(2-叔丁基间甲酚)

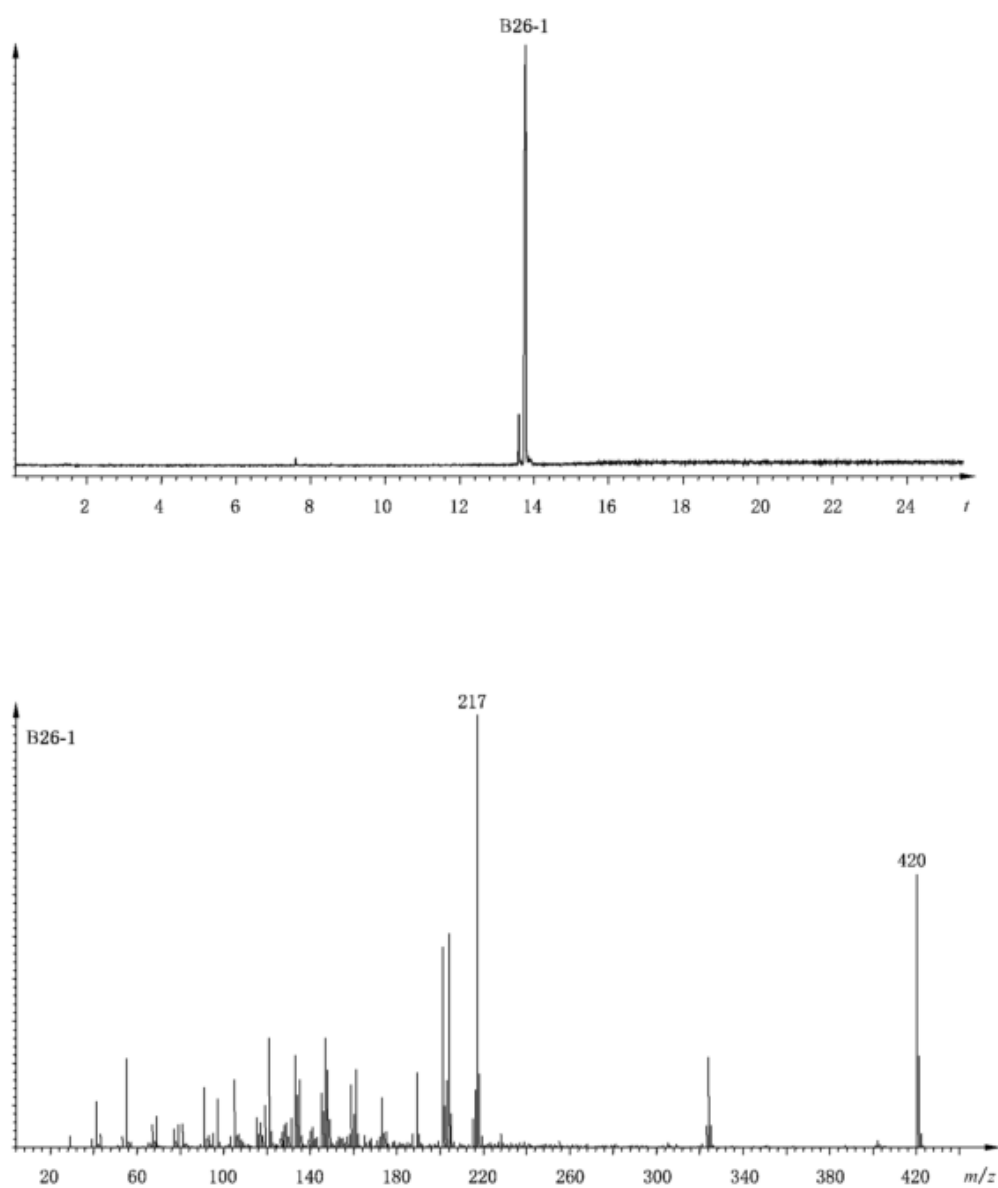


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.25 对甲酚和双环戊二烯共聚物



说明:

t —— 保留时间;

m/z —— 质荷比。

图 B.26 2,2'-亚甲基二[4-甲基-6-(1-甲基环己基)苯酚]

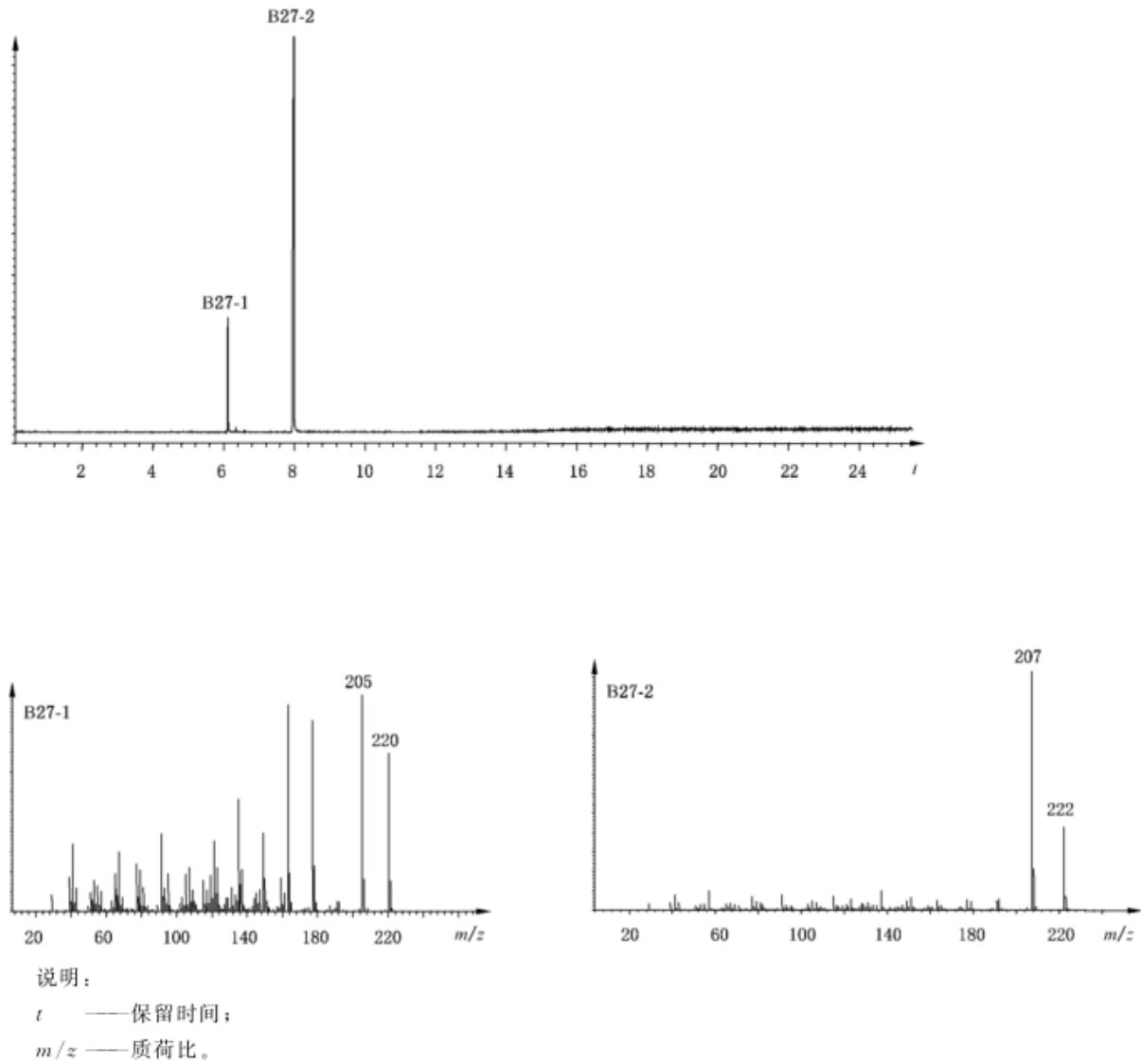
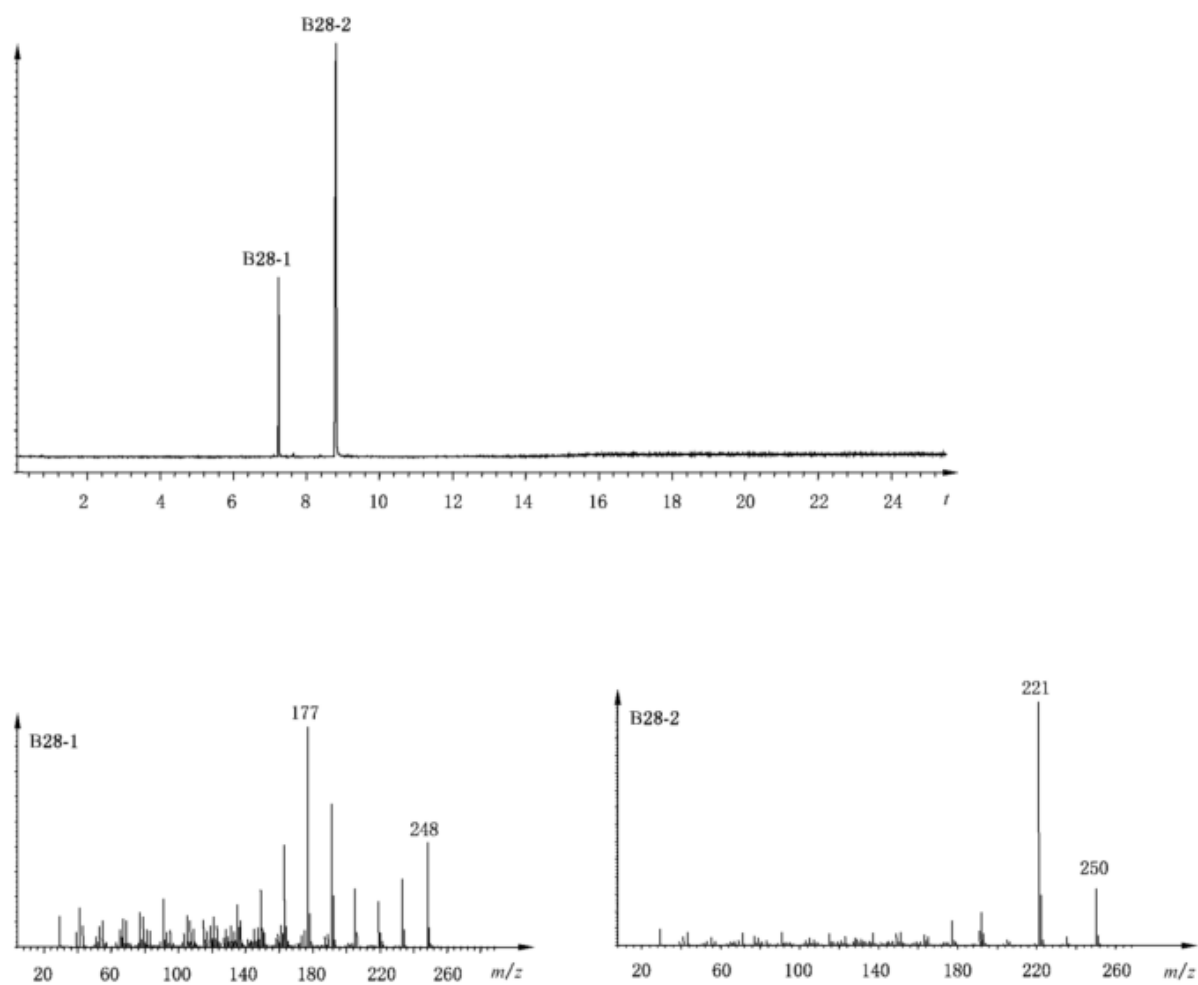


图 B.27 2,5-二叔丁基对苯二醌

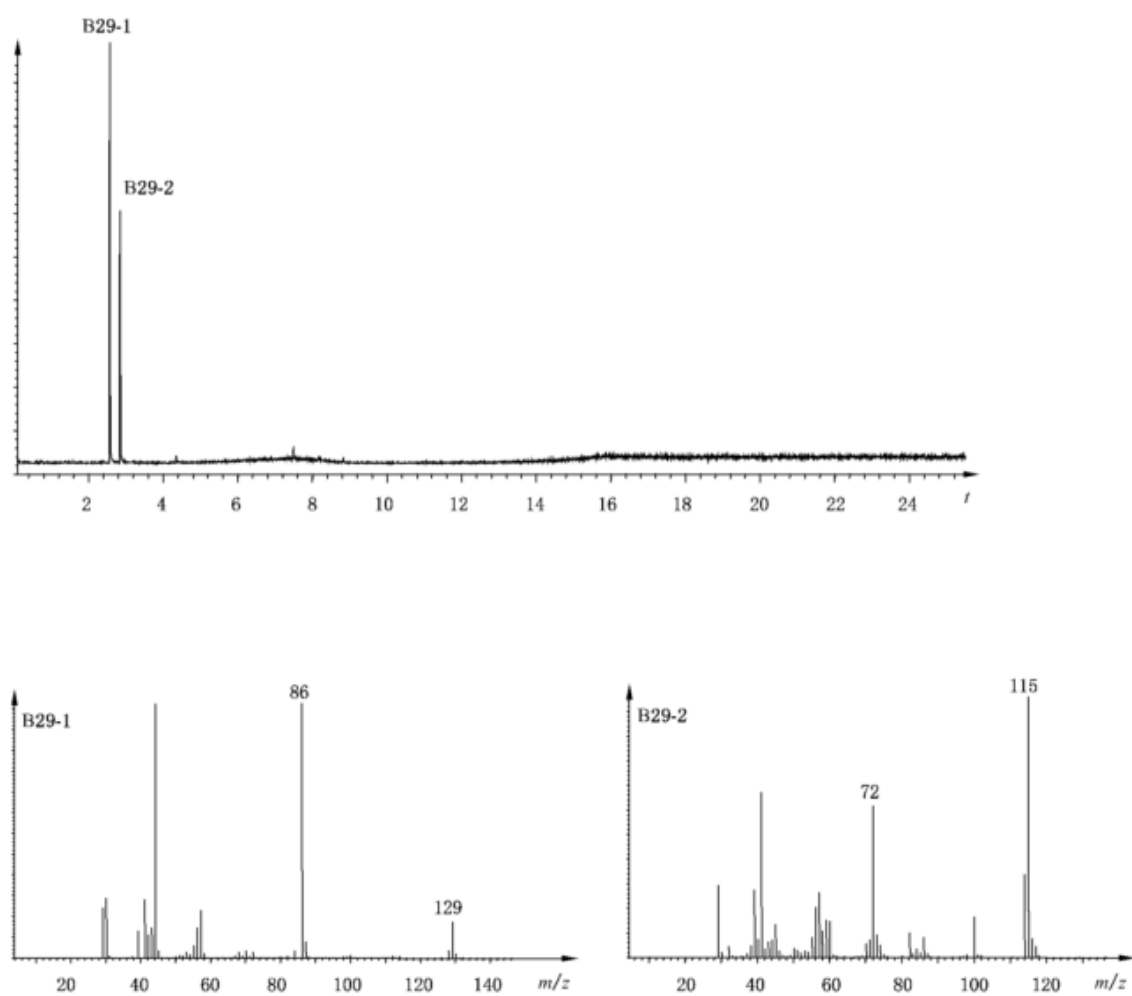


说明:

t ——保留时间;

m/z ——质荷比。

图 B.28 2,5-二叔戊基氢醌

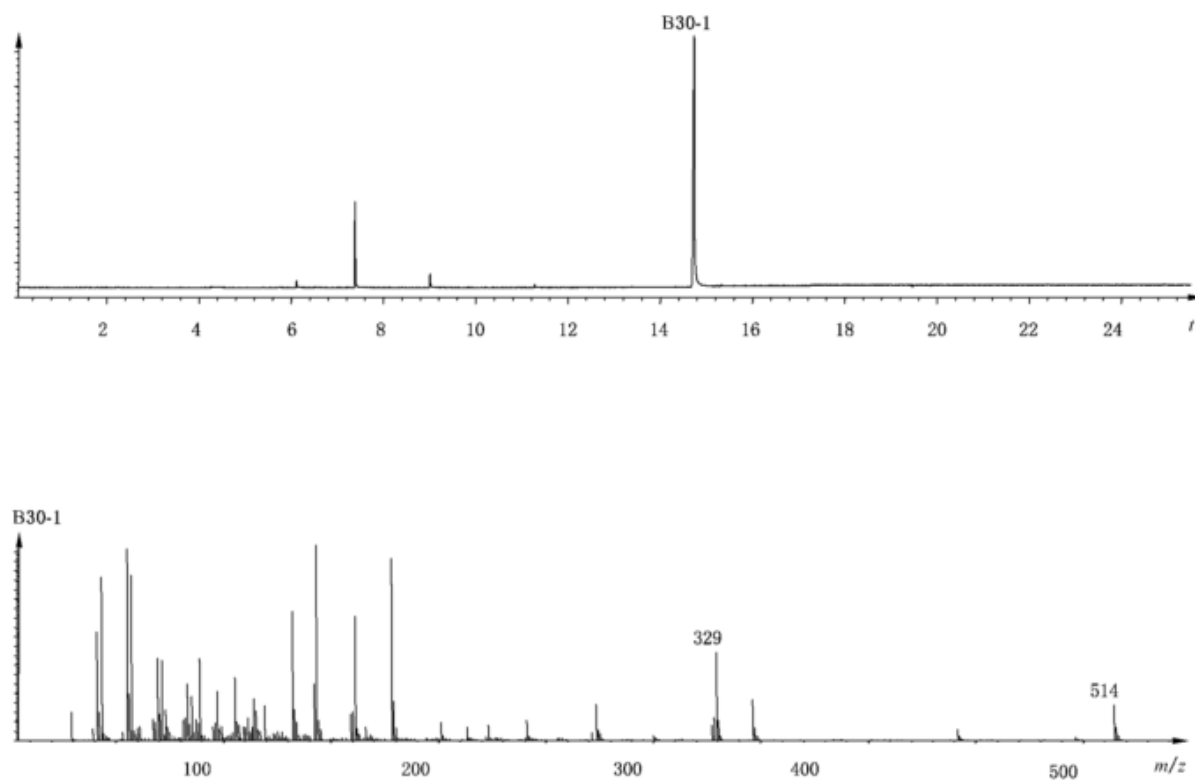


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.29 三丁基硫脲

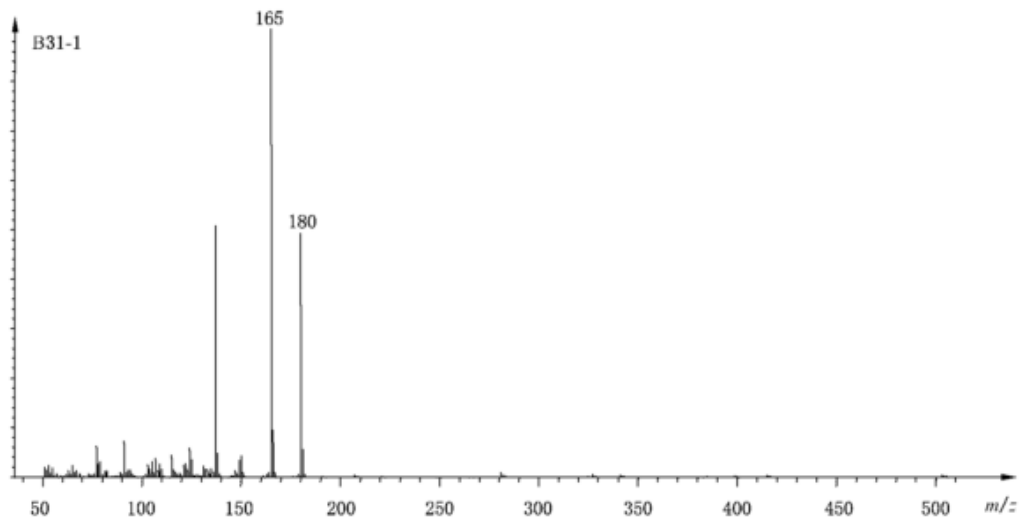
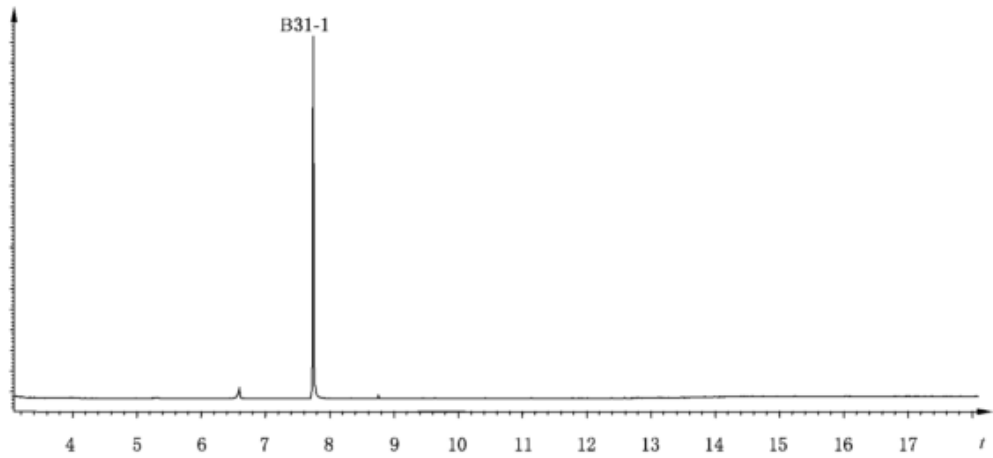


说明：

t ——保留时间；

m/z ——质荷比。

图 B.30 硫代二丙酸双月桂酯



说明：

t —— 保留时间；

m/z —— 质荷比。

图 B.31 丁基羟基茴香醚

附 录 C

(规范性附录)

气相色谱保留指数的测定

C.1 概要

化合物的保留指数不随气相色谱条件改变而改变。因此,在测定防老剂时可以用保留指数来进行定性分析,这比用保留时间定性更准确。

C.2 试剂

C.2.1 正构烷烃,分析纯。碳数从 10 到 42。

C.2.2 环己烷,分析纯。

C.2.3 气相色谱载气,氮气。

C.3 仪器

C.3.1 气相色谱-质谱联用仪,具体见 4.2.3。

C.4 试验步骤

C.4.1 称取适量的碳数在 10~42 正构烷烃于锥形瓶中,加入环己烷调整每个烷烃浓度在 500 $\mu\text{g/mL}$ ~1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

C.4.2 注射 1 μL 已配制溶液注入气相色谱仪,从而获得气相色谱图。

C.4.3 从色谱图中读出每个正构烷烃的保留时间。确定每个正构烷烃的保留指数,它等于碳数乘以 100。例如,癸烷(C10)保留指数是 1 000(即 10×100),二十三烷(C23)保留指数是 2 300(即 23×100)。

C.4.4 计算出紧邻待测防老剂前后的两个正构烷烃保留时间的差值,用 d_1 表示。

C.4.5 计算出待测防老剂和紧邻其前的正构烷烃的保留时间差值,用 d_2 表示。

C.4.6 计算待测防老剂的保留指数 RI ,按式(C.1)计算:

$$RI = C_n + \left(\frac{d_2}{d_1} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

C_n ——紧邻待测防老剂前的正构烷烃的保留指数;

d_2 ——待测防老剂和紧邻其前的正构烷烃的保留时间的差值;

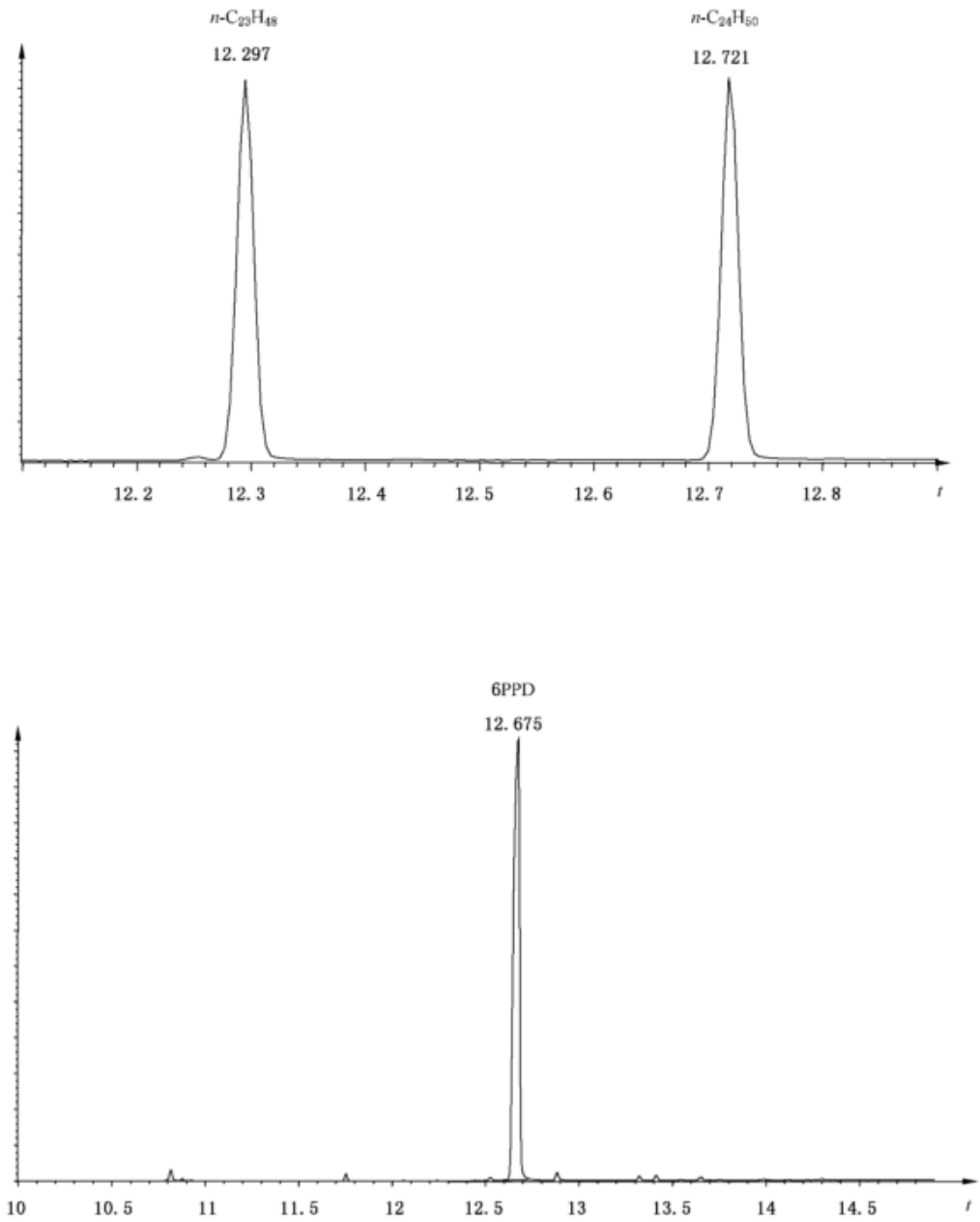
d_1 ——紧邻待测防老剂前后的两个正构烷烃保留时间的差值。

C.4.7 色谱柱的类型改变时,应再次测量保留指数,因为其值因色谱柱的类型而定。

C.5 示例

如图 C.1 所示,N-1,3-二甲基丁基-N'-苯基对苯二胺(6PPD)(保留时间:12.675 min)在正二十三烷(保留时间:12.297 min)和正二十四烷(保留时间:12.721 min)之间洗脱。二十三烷和二十四烷保留时间差:

d_1 是 0.424(12.721-12.297)。正二十三烷和 6PPD 的保留时间差; d_2 是 0.378(12.675-12.297)。
把这些值和正二十三烷的保留指数(2 300)带入式(C.1)得到 6PPD 的保留指数,即 2 389。



说明:
 t ——时间(min)。

图 C.1 6PPD 的色谱图

参 考 文 献

- [1] GB/T 4499 硫化橡胶中防老剂的测定 薄层色谱法
 - [2] GB/T 21871 橡胶配合剂 缩略语
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶 防老剂的测定 气相色谱-质谱法
GB/T 33078—2016/ISO 10638:2010

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2016年11月第一版

*

书号:155066·1-54888

版权专有 侵权必究



GB/T 33078-2016