



中华人民共和国国家标准

GB/T 4499—2016
代替 GB/T 4499—1997

硫化橡胶 防老剂的测定 薄层色谱法

Rubber, vulcanized—Determination of antidegradants—
Thin layer chromatographic method

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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4499—1997《硫化橡胶中防老化剂的测定 薄层色谱法》。与 GB/T 4499—1997 相比,主要技术变化如下:

- 增加了“试验定性所用防老剂标准品”的说明(见 4.6);
- 修改了点样斑点体积的描述(见 7.2.1,1997 年版的 7.2);
- 增加了展开剂使用的描述(见 7.3);
- 增加了展开后斑点位置的描述(见 7.3);
- 增加了“ R_f 保留两位小数”的要求(见 9.1,1997 年版的 8.1);
- 增加了试验报告部分(见第 10 章)。

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:西双版纳州质量技术监督综合检测中心、中国石油天然气股份有限公司独山子石化研究院、广州市华南橡胶轮胎有限公司、北京橡胶工业研究设计院、沈阳市化工学校、青岛伊科思新材料股份有限公司、双钱集团股份有限公司。

本标准主要起草人:郑向前、孙枫、周秀良、范山鹰、脱锐、林庆菊、吴秀萍、杨映华、王文祥、梁亚平、丁晓英、牛华峰、左继强。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 4499—1984、GB/T 4499—1997。

硫化橡胶 防老剂的测定 薄层色谱法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用薄层色谱对硫化橡胶中防老剂进行测定的方法。

本标准适用于测定硫化橡胶或混炼橡胶中的防老剂(醛胺类、酮胺类、仲胺类、对苯二胺类、双酚类、多元酚类以及磷酸酯类)。

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。

GB/T 3516 橡胶 溶剂抽出物的测定

3 原理

在薄层层析过程中,由于防老剂及其转化物化学结构的不同,导致在液-固相中分配系数的差异,以此达到分离的目的。在薄层层析硅胶板或涂有硅胶的玻璃板上进行点样、展开和显色,然后按形成图谱中斑点的颜色、形状及比移值 R_f 来确定相应的防老剂。

4 试剂

4.1 一般规定

4.1.1 本标准中所用溶液以“%”表示的均指质量分数(特殊注明除外)。

4.1.2 当溶液中出现浑浊、沉淀或颜色变化等现象时,应重新制备。

4.1.3 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2 展开剂

4.2.1 浓氨水

质量分数为 25%~28%。

4.2.2 无水乙醇-浓氨水-甲苯溶液

取 0.5 mL 的无水乙醇和 0.05 mL 的浓氨水,加入到 100 mL 的甲苯溶液中。

4.2.3 丙酮-浓氨水-甲苯溶液

取 10 mL 的丙酮和 0.2 mL 的浓氨水,加入到 100 mL 的甲苯溶液中。