

前 言

本标准非等效采用 ISO 4645:1984《用薄层色谱法测定生胶、混炼胶和硫化胶中防老剂》。

本标准在样品前处理上较 ISO 4645—1984 方法简便,ISO 4645:1984 中对含油量过大的样品要求用色谱柱除油,而本标准对此法加以改进,用乙醇进行抽提,取乙醇层点样,或点样后的薄层板先在石油醚中展开、晾干,再在所需的展开剂中展开、显色,简化了实验操作。

ISO 4645:1984 中规定了不同的防老剂使用不同的展开剂和显色剂,包括 A 法、B 法,即繁琐又较难掌握,而本标准中所使用的展开剂、显色剂对各类防老剂均适用,简便易行。

ISO 4645:1984 对玻璃板只规定了一种规格,这样在样品较少时易造成浪费,而在本标准中有三种不同规格的玻璃板,在实验时可以根据样品的多少来选择不同规格的薄层板。

本标准基本遵循原标准 GB 4499—84 的内容,对前版的有误之处进行更正,并强调薄层色谱展开时的环境温度不低于 18 ℃,对有关的技术问题作了适当的补充。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 4499—84。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准起草单位:北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人:裘建民、康力。

本标准首次发布 84 年 6 月。

本标准委托北京橡胶工业研究设计院负责解释。

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶中防老剂的测定 薄层色谱法

GB/T 4499—1997
neq ISO 4645:1984

代替 GB 4499—84

Vulcanized rubber—Determination
of antidegradant content—Thin layer
chromatographic method

建议在本委员会试验方法标准中采用的安全陈述:

警告——使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程,本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了硫化橡胶和混炼橡胶中防老剂的测定方法。

本标准适用于以薄层色谱法检定硫化橡胶或混炼橡胶中防老剂(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 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3516—94 橡胶中溶剂抽出物的测定

3 原理

在薄层层析过程中,由于防老剂化学结构的不同,导致在液-固相中分配系数的差异,从而达到分离的目的。在涂有硅胶的玻璃板上进行点样、展开和显色。然后按形成谱图中斑点的颜色、形状及比移值 R_f 来确定相应的防老剂。

4 试剂

在实验过程中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。进行本试验时,所有公认的健康和安全防护措施都应该是有效的。

4.1 展开剂(均用体积比)

4.1.1 甲苯+无水乙醇+氨水=100+0.5+0.05。

4.1.2 甲苯+丙酮+氨水=100+10+0.2。

4.2 显色剂

4.2.1 2,6-二氯醌氯亚胺乙醇溶液:0.2%(m/m)(使用时配制或配制后保存于冰箱中)。

4.2.2 缓冲喷雾剂(与4.2.1配合使用):23.4 g 四硼酸钠和 3.5 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 蒸馏水中。

4.3 薄层板吸附剂:硅胶-G(薄层层析用)。

4.4 薄层板胶粘剂:浓度为 0.1%~0.2%(m/m)羧甲基纤维素钠溶液,前一天配制,使用时取其清液。

国家技术监督局 1997-09-26 批准

1998-04-01 实施