

离子色谱法测定橡胶中总硫的含量

LC-277

摘要：本文参考 ISO 19242:2015 标准、国家标准征求意见稿《橡胶 总硫含量测定 离子色谱法》，使用离子色谱仪建立了橡胶中总硫含量的分析方法，并对方法的线性、准确性、重现性进行了考察。结果显示，硫酸根在 1~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 内线性关系良好；对照品溶液连续进 6 针，保留时间和峰面积的 RSD% 均在 0.03% 和 0.76% 以内，重复性好，稳定性强。本应用建立的方法准确、灵敏、重复性好，可为橡胶中总硫含量的测定提供参考。

关键词：离子色谱法 橡胶 硫

橡胶属于高分子材料，未经硫化的橡胶呈线型结构，其抗拉性能较差。为提高其材料性能，通常情况下将原料在加热的条件下与硫化剂硫磺发生化学反应，交联成立体网状结构，然后得到定型的具有实用价值的橡胶制品。总硫含量是橡胶检测的关键指标之一，橡胶的硫化工艺决定了橡胶最终产品的物理性能、力学性能，如强度、弹性、塑性、拉伸模量等。因此，测定生胶或硫化橡胶中总硫的含量对橡胶品质，指导

生产控制工艺、评价橡胶性能具有十分重要的意义。

目前测定总硫的检测方法有氧瓶燃烧法、过氧化钠熔融法等，实验过程中干扰较多、准确性也比较差。本文采用离子色谱法测定橡胶样品中的总硫，是根据橡胶燃烧后生的二氧化硫被过氧化氢吸收液吸收进行定量测试。干扰少、操作性和实用性强，可供相关检测参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 IC-16 离子色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：CBM-20Alite

柱温箱：CTO-20A

脱气机：DGU-20A

色谱工作站：LabSolutions LC Version 5.99

自动进样器：SIL-16i

输液泵：LC-16i

抑制器：SHY-A-6

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack IC-SA2, 250 mm \times 4 mm I.D., 9 μm

P/N: 228-38983-91, 岛津（上海）实验器材有限公司

淋洗液：1.8 mM Na_2CO_3 +1.7 mM NaHCO_3 溶液 流速：1 mL/min

柱温：35 $^\circ\text{C}$

抑制电流：14 mA

进样量：25 μL

洗脱方式：等度洗脱

1.3 溶液配制

1.3.1 系列标准溶液

精密取硫酸根对照品适量，用超纯水稀释成含硫酸根 1、2、5、10、20 和 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 系列浓度的标准曲线溶液。

1.3.2 供试品溶液

参照 ISO 19242:2015 标准，由某橡胶院提供。

■ 结果与讨论

2.1 色谱图

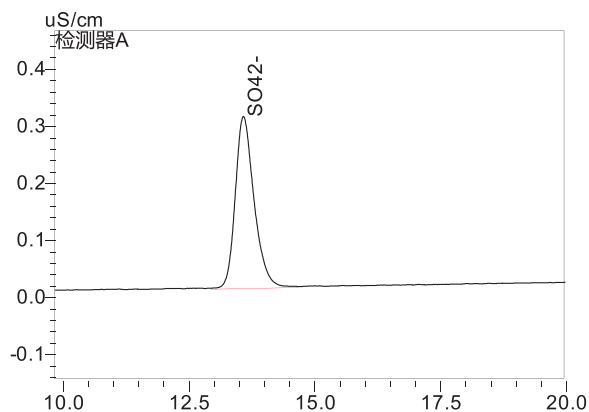


图1 标准溶液定量下限 (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 色谱图

2.2 线性

将硫酸根标准工作溶液，按“1.2 分析条件”进行测定，使用外标法定量。以峰面积为纵坐标，对应的标准工作溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线，如图 2 所示。校准曲线线性关系良好，相关系数大于 0.999，准确度在 95.7%~104.5% 之间。

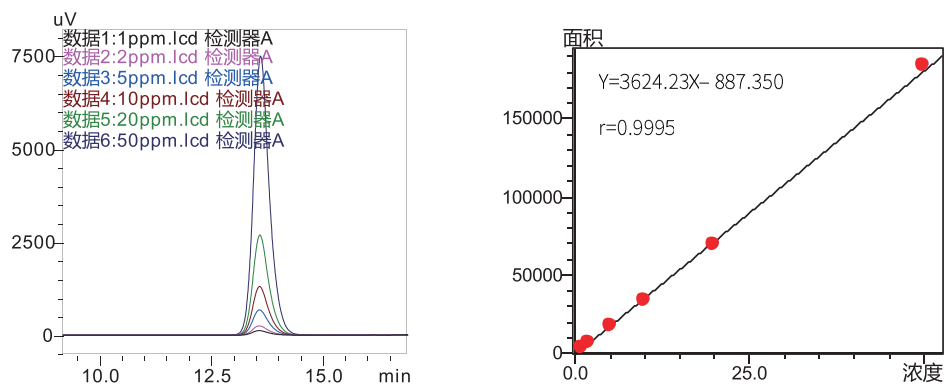


图2 标准曲线

2.3 精密度

采用 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 1 所示。结果显示：目标物保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.02% ~ 0.03% 和 0.20% ~ 0.76% 之间，显示仪器精密度良好。

表 1 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

目标物名称	理论浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)
硫酸根	1	0.02	0.76
	10	0.03	0.23
	50	0.03	0.20

2.4 样品测定结果

精密橡胶样品，按照“1.3.2 供试品溶液”方法处理及“1.2 分析条件”进行测定，样品中检出硫酸根 36.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，色谱图如图 3 所示。

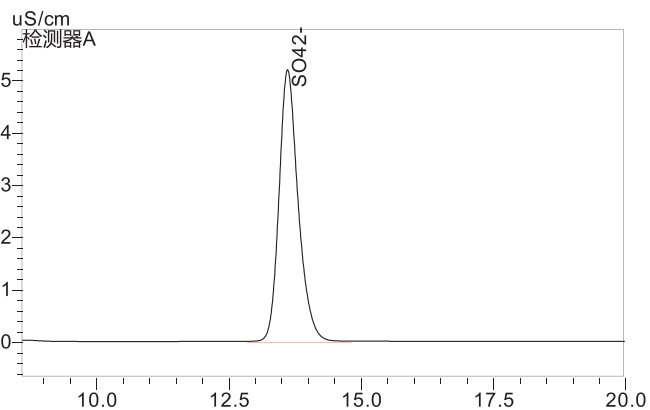


图 3 橡胶样品色谱图

■ 结论

本应用建立了采用岛津离子色谱仪 IC-16 测定橡胶中总硫的检测方法。该方法灵敏度高、重复性好，可用于橡胶中硫酸根钠的检测。

岛津应用云

