

解决方案 | 裂解气质联用 PY-GC-MS 橡胶成份分析

橡胶 (Rubber) 是指具有可逆形变的高弹性聚合物材料, 在室温下富有弹性, 在很小的外力作用下能产生较大形变, 除去外力后能恢复原状。橡胶分为天然橡胶和合成橡胶两种。天然橡胶是从橡胶树、橡胶草等植物中提取胶质后加工制成; 合成橡胶则由各种单体经聚合反应而得。它不仅为人们提供日常生活不可或缺的日用、医用等轻工橡胶产品, 而且向采掘、交通、建筑、机械、电子等重工业和新兴产业提供各种橡胶制品生产设备或橡胶部件, 可见其对人们生活及工业发展意义重大。因此, 橡胶的质量控制及成份分析十分重要。

目前, 有关橡胶常规检测手段主要有红外光谱法、热分析法、薄层色谱法等, 但其均是测定某个特定参数且需测试样品量大。对于橡胶成分分析, 裂解气相色谱法需要有标准试样才能确定裂解产物成份, 而裂解气相色谱-质谱法不需要标准品, 只需将样品快速加热, 生成的可挥发的裂解产物导入色谱-质谱联用仪进行分离, 对裂解碎片的特征来分析判断样品的组成即可。本文利用东西分析 PY-GC-MS 系统对橡胶成分进行了研究, 可供相关人员参考。

实验部分

仪器设备

裂解装置+GC-MS 3200 气相色谱 (四极) 质谱联用仪

仪器条件

色谱条件: Equity-5 (30m×0.25mm×0.25μm) 石英毛细管柱, 恒流模式, 柱流量: 1 mL/min, 分流进样, 分流比: 70:1, 隔垫吹扫流量: 3mL/min, 进

样口：300℃，接口 300℃。

质谱条件：EI 源，电子能量：70eV，离子源：230℃，扫描方式：全扫描，扫描周期：0.6s，

扫描质量数范围：35u-550u，电子倍增器高压：1300V，采集时间：0min-62min。

热裂解温度：500℃。

实验结果

样品的谱图

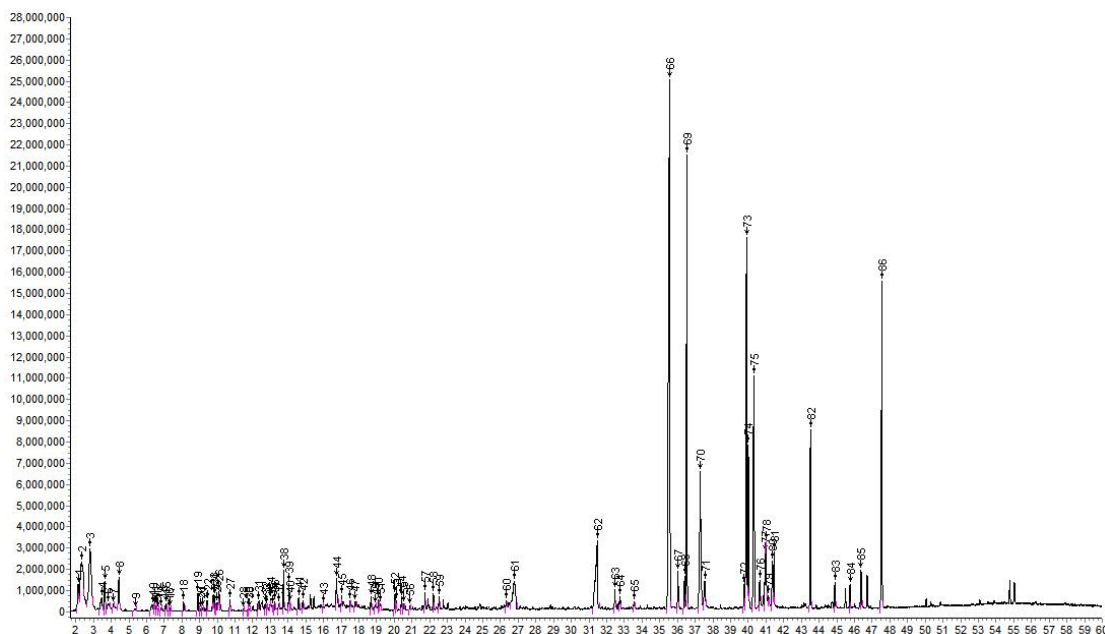


图 1 橡胶样品全扫描谱图

表 1 橡胶样品定性图谱

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	分子式	面积百分比 /%
1	Propene	2.14	115-07-1	95	C3H6	0.3948
2	1,3-Butadiene	2.31	106-99-0	88	C4H6	2.4078
3	1-Butyne, 3-methyl-	2.8	598-23-2	76	C5H8	3.4689
4	3-Butenenitrile	3.46	109-75-1	81	C4H5N	0.5526
5	1-Propanol, 2-methyl-	3.63	78-83-1	91	C4H10O	0.6568
6	1,3-Cyclohexadiene	3.81	592-57-4	90	C6H8	0.2367
7	Benzene	4.11	71-43-2	87	C6H6	0.0845
8	Cyclohexene	4.43	110-83-8	90	C6H10	0.7228
9	1,6-Heptadiene	5.37	3070-53-9	84	C7H12	0.1134
10	Toluene	6.32	108-88-3	87	C7H8	0.2376
11	Thiophene, 3-methyl-	6.44	616-44-4	88	C5H6S	0.0484
12	Pentanenitrile	6.55	110-59-8	76	C5H9N	0.0929
13	1,4-Cyclohexadiene, 1-methyl-	6.64	4313-57-9	88	C7H10	0.0080
14	Cyclopropane, 1,1-dimethyl-	6.81	1630-94-0	79	C5H10	0.0447
15	2-Hexene, 3,5-dimethyl-	7.08	3404-79-3	86	C8H16	0.1159
16	2-Octene, (E)-	7.26	13389-42-9	79	C8H16	0.0148
17	2-Heptene, 3-methyl-	7.34	3404-75-9	80	C8H16	0.0656
18	Cyclohexene, 4-ethenyl-	8.1	100-40-3	91	C8H12	0.2093
19	Butane, 1-bromo-4-chloro-	8.9	6940-78-9	71	C4H8BrCl	0.4324
20	3-Methylenecycloheptene	9.03	34564-56-2	86	C8H12	0.0481
21	p-Xylene	9.14	106-42-3	83	C8H10	0.0672
22	Isoamyl cyanide	9.42	542-54-1	75	C6H11N	0.1971
23	Styrene	9.77	100-42-5	89	C8H8	0.2092
24	Cyclohexanone	9.85	108-94-1	86	C6H10O	0.2306
25	Cyclopentanecarbonitrile, 3-methylene-	9.95	54829-97-9	78	C7H9N	0.1340
26	4-Pentenenitrile, 2-methylene-	10.1	28769-50-8	89	C6H7N	0.1872
27	2,4-Hexadienenitrile	10.7	1516-01-4	66	C6H7N	0.2312
28	Benzene, 2-propenyl-	11.48	300-57-2	80	C9H10	0.0333
29	Benzene, propyl-	11.73	103-65-1	81	C9H12	0.0241
30	Thiophene, 2-propyl-	11.81	1551-27-5	71	C7H10S	0.0275
31	6-Heptene-1-nitrile	12.3	5048-25-9	90	C7H11N	0.1307
32	Benzonitrile	12.69	100-47-0	90	C7H5N	0.1459
33	Cyclopropaneethanol, 2-methylene-	12.8	120477-28-3	65	C6H10O	0.0500
34	Benzene, 1-ethenyl-2-methyl-	13	611-15-4	89	C9H10	0.1156
35	Indane	13.11	496-11-7	87	C9H10	0.0392
36	1-Cyclopentylacetonitrile	13.25	22734-04-9	77	C7H9N	0.1335

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	分子式	面积百分比 /%
37	Cyclohexanecarbonitrile	13.46	766-05-2	79	C7H11N	0.1035
38	4-Cyanocyclohexene	13.73	100-45-8	92	C7H9N	0.7179
39	1-Hexanol, 2-ethyl-	14.03	104-76-7	83	C8H18O	0.3794
40	Pyridine, 2,4-dimethyl-	14.11	108-47-4	72	C7H9N	0.0789
41	Benzene, 1-ethynyl-4-methyl-	14.59	766-97-2	89	C9H8	0.2550
42	Cyclopentanecarbonitrile, 3-methylene-	14.83	54829-97-9	85	C7H9N	0.1417
43	Benzene, 1-isocyano-3-methyl-	15.97	20600-54-8	87	C8H7N	0.0393
44	5H-1-Pyridine, 6,7-dihydro-	16.72	533-37-9	90	C8H9N	0.6179
45	1-Octanethiol	17.01	111-88-6	81	C8H18S	0.1545
46	Benzenamine, 2-cyclopropyl-	17.51	N/A	77	C9H11N	0.0910
47	Benzene, 1-methyl-4-(1-propynyl)-	17.79	2749-93-1	79	C10H10	0.1178
48	Quinoline, 1,2,3,4-tetrahydro-	18.67	635-46-1	80	C9H11N	0.2364
49	Pentanedinitrile, 2-methyl-	18.91	4553-62-2	76	C6H8N2	0.0519
50	1H-Indole, 2-methyl-	19.11	95-20-5	84	C9H9N	0.1152
51	2,3-Dimethyl-pyrrolo(2,3-b)pyrazine	19.21	56015-24-8	73	C8H9N3	0.0507
52	Benzothiazole	20.02	95-16-9	87	C7H5NS	0.2352
53	1H-Indole, 5-methyl-	20.1	614-96-0	84	C9H9N	0.1213
54	1H-Indole, 2,3-dihydro-	20.4	496-15-1	77	C8H9N	0.2255
55	Cyclohexane, 1-ethynyl-1-isocyano-	20.52	138313-44-7	68	C9H11N	0.0961
56	1H-Indole, 1,2-dimethyl-	20.88	875-79-6	85	C10H11N	0.0749
57	Naphthalen-4a,8a-imine, 1,4,5,8-tetrahydro-	21.73	36191-26-1	71	C10H13N	0.2524
58	1,5,9-Cyclododecatriene	22.21	4904-61-4	71	C12H18	0.2507
59	Phthalic anhydride	22.52	85-44-9	87	C8H4O3	0.1997
60	N,N'-(2-Hydroxytrimethylene)diphthalimide	26.32	73825-95-3	77	C19H14N 2O5	0.1798
61	Cyclohexanamine, N-cyclohexyl-	26.76	101-83-7	89	C12H23N	1.7970
62	2(3H)-Benzothiazolone	31.46	934-34-9	91	C7H5NOS	3.9376
63	Phenol, 2-(1-phenylethyl)-	32.46	4237-44-9	81	C14H14O	0.3480
64	1H-Indole, 2,3-dihydro-	32.74	496-15-1	71	C8H9N	0.2089
65	Isoquinoline, 1,2,3,4-tetrahydro-1-methyl-	33.55	4965-09-7	67	C10H13N	0.1301
66	1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester	35.56	84-69-5	92	C16H22O 4	23.7499
67	Hexadecanenitrile	36.02	629-79-8	89	C16H31N	0.6401
68	1,2-Benzenedicarboxylic acid, butyl 2-methylpropyl ester	36.4	17851-53-5	90	C16H22O 4	0.5301
69	Hexadecanoic acid, methyl ester	36.54	112-39-0	90	C17H34O	10.2145

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	分子式	面积百分比 /%
					2	
70	n-Hexadecanoic acid	37.29	57-10-3	90	C16H32O 2	5.0111
71	2-Mercaptobenzothiazole	37.55	149-30-4	84	C7H5NS2	0.9055
72	9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-	39.76	2566-97-4	88	C19H34O 2	0.3955
73	9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester	39.91	112-62-9	92	C19H36O 2	8.7932
74	6-Octadecenoic acid, methyl ester, (Z)-	40	2777-58-4	89	C19H36O 2	2.8666
75	1,4-Benzenediamine, N-(1-methylethyl)-N'-phenyl-	40.31	101-72-4	80	C15H18N 2	6.4002
76	9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester	40.65	2462-85-3	82	C19H34O 2	0.6009
77	1-Naphthalenamine, N-phenyl-	40.96	90-30-2	79	C16H13N	0.0000
78	Octadecanoic acid	40.99	57-11-4	83	C18H36O 2	0.0000
79	9,12-Octadecadien-1-ol, (Z,Z)-	41.14	506-43-4	79	C18H34O	0.1168
80	Hexadecanamide	41.35	629-54-9	81	C16H33N O	0.7007
81	9,11-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-	41.45	13038-47-6	86	C19H34O 2	0.9300
82	Methyl 10-oxohexadecanoate	43.51	689-69-0	78	C17H32O 3	3.9599
83	Octadecanamide	44.88	124-26-5	85	C18H37N O	0.4829
84	Phenol, 2,4-bis(1-phenylethyl)-	45.75	2769-94-0	87	C22H22O	0.4465
85	Octadecanoic acid, 9,10-dihydroxy-, methyl ester	46.37	1115-01-1	80	C19H38O 4	0.7062
86	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	47.54	117-81-7	93	C24H38O 4	7.7658

实验总结

从本次实验的色谱图及实验结果可以看出,在该实验条件下,试样的主要裂解产物分离度较好,并对裂解后的色谱图、质谱图进行了分析,确定了样品的成分。