试析红外光谱法鉴定并用橡胶成分

夏孝飞

浙江方圆检测集团股份有限公司

DOI:10.32629/btr.v3i7.3253

[摘要] 本文针对红外光谱法鉴定并用橡胶成分,先分析了红外光谱法鉴定并用橡胶成分的要点,然后通过相应的实验,论述了红外光谱法的应用过程,分析结果表明,红外光谱法是一种全新的鉴定技术,将其应用到并用橡胶成分鉴定中,既能快速准确的获知并用橡胶的成分,也可以保证鉴定结果的可靠性和权威性,符合并用橡胶成分鉴定的需求,值得大范围推广应用。

[关键词] 红外光谱法; 并用橡胶; 组分; 鉴定方法

中图分类号: V448.25+1 **文献标识码:** A

引言

相比于传统单一橡胶,并用橡胶的质量和性能更加优越,目前全球范围内,大约超过75%的橡胶以并用橡胶的形式得到了广泛应用。在科学技术飞速发展的背景下,并用橡胶的种类越来越多,质量和性能愈发优越,分析和研究并用橡胶成分是目前研究的热点话题,对单一的橡胶成分而言,采用常规化学分析法就可以准确获知成分。但并用橡胶结构复杂,涉及到的内容也比较多,仅凭化学分析法很难准确获知橡胶成分,而采用红外光谱法则可以有效解决这一问题,具有良好的发展前景。基于此,开展红外光谱法鉴定并用橡胶成分的研究就显得尤为必要。

1 红外光谱法鉴定并用橡胶成分的要点

红外光谱法鉴定橡胶成分的主要机理是对橡胶的热解物、橡胶溶液制成的薄膜进行红外光谱分析,从而鉴定出并用橡胶的聚合物成分,为保证鉴定结果的可靠性和权威性,需要严格控制以下一点:

第一,在热解物鉴定过程中,需要将制备好的少量并用橡胶样品,放置在含有氮气流度的试管中,在将试管放入小型可调温度的电炉,将电炉的温度控制在525℃~575℃之间,促使并用橡胶样品进行热解,如果鉴定时间比较紧迫,也可以

直接放在火焰上用心快速溶解,取几滴热解物均匀涂抹在单晶硅片上,在2.5 μm~15 μm的红外波段对红外光谱进行详细记录。

第二,薄膜鉴定。在并用橡胶组分鉴定中,常用的薄膜有两种,一种是硫化并用橡胶薄膜,另一种是生胶薄膜,二者的红外光谱法鉴定方法也不相同。在硫化并用橡胶薄膜鉴定中,可采用1,2-二氯苯热溶法,具体做法为,选择少量制备好的并用橡胶样品,将其溶解到1,2-二氯苯中,经过过滤之后,将滤液均匀涂抹在盐片上,促使溶剂快速挥发,形成薄膜,同样在2.5 μm~15 μm的红外波段对红外光谱进行记录。在生胶薄膜鉴定时,选择少量制备的并用橡胶样品,将其溶解到合适的溶剂中进行过滤,将滤液均匀涂抹在盐片上,充分发挥干净之后,在2.5 μm~15 μm的红外波段范围中,对红外光谱进行详细记录。

2 红外光谱法鉴定并用橡胶成分的实验过程

2.1 合理选择试剂和仪器

在本次实验中选择试剂包括:天然橡胶、SBR1502橡胶、EPDM3014橡胶、NBR1704橡胶、CR1221橡胶、IIR1510橡胶、FPM2301橡胶、MVQ1101橡胶,这些橡胶都在当地市面上采购。而其他诸如正己烷、环己烷、甲苯、二甲苯等则由天津试剂总生产厂家来提供。SK-1608混

炼机由上海橡胶生产厂家提供,集热式恒温加热磁力搅拌器由天津精密仪器厂提供,红外光谱测试仪选择了Nicolet 5700FT-IR式红外光谱仪,进口于美国热电公司。

2.2 制备并用橡胶样品

选择并用比为50/50的二元并用橡胶,放入SK-1608混炼机中,在特定的温度下,促使橡胶充分混合。选择2g混合完成之后的并用橡胶和80mL溶剂,同时倒入带有冷凝器的250mL圆底烧瓶中,通过集热式恒温加热磁力搅拌器充分搅拌之后,再回流2~12小时,直到胶料全部溶解,获得并用橡胶实验样品。

2.3 红外光谱测试

将制备好的并用橡胶样品均匀涂抹在制备好的溴化钾晶片上,在钠灯照射下快速烘干,形成质地相对均匀的薄膜,再将薄膜放在用红外光谱仪在2.5 μm~15 μm的红外波段范围中扫描,并对红外光谱进行详细记录,通过透过率就可以获知红外光谱仪的吸光度,二者之间具有函数关系,具体如下:

$$A = 2 - \log(\%T)$$

此函数中A表示红外光谱的吸光度, (%T)表示透过率。

在2.5 μm~15 μm波长范围内(波数4000cm⁻¹~667cm⁻¹)记录红外光谱。通过与参比光谱比较,并参考特征吸收表

鉴定硫化橡胶或生胶(特征吸收可用波长或波数表示)。使用本标准的试验室,必须具备所有预期鉴定橡胶的光谱图。这些光谱图必须用与鉴定未知样品相同的方法、相同的仪器制备。

3 红外光谱法鉴定并用橡胶成分实验结果和探讨

3.1 并用橡胶热失重率

实验结果表明,在450℃、500℃、550℃时,NR和SBR并用橡胶的热失重率分别76.6%、99.2%、99.3%;NBR和SBR并用橡胶的热失重率分别54.5%、97.4%、99.8%;IIR和SBR并用橡胶的热失重率分别80.5%、99.5%、99.6%;NBR和FPM并用橡胶的热失重率分别48.3%、63.6%、65.6%;EPDM和MVQ并用橡胶的热失重率分别12.3%、60.2%、68.8%。从这几组数据中可以看出,NR/SBR并用橡胶、NBR/SBR并用橡胶、IIR/SBR并用橡胶在500℃时其热失重率就达到97%以上,表明已经发生了全部分解。而诸如NBR/FPM并用橡胶和EPDM/MVQ并用橡胶在500℃时,热失重率仅为60%左右,并没有仍然有近40%的残留量,没有完全分解。各并用橡胶的热失重率曲线图如图1所示:

图1 各并用橡胶的热失重率曲线图

3.2 NR/SBR并用橡胶红外光谱鉴定

从组分的程度上来看NR橡胶分子链中含有甲基支链,在红外光谱中,既有

CH₂-的弯曲振动,也还有很强的甲基弯曲振动谱带,NR橡胶红外光谱鉴定中,会出现CH₃-和CH-的伸缩振动和CH₂-伸缩振动相互叠加的问题,也是红外光谱中发生多重峰的主要原因。SBR橡胶分子链中含有大量苯环,在红外光谱中发生了芳香取代基振动峰。从中可以看多重峰多发生在热失重率在10%的位置,并随着热失重率的增加,峰度也随之增加。CH₃-完全振动峰出现在热失重率在30%的位置,苯基振动峰则出现在热失重率在70%附近,峰值的强度比较小。具体情况如图2所示:

图2 NR/SBR并用橡胶红外光谱鉴定结果图

3.3 EPDM/MVQ并用橡胶红外光谱鉴定

EPDM橡胶分子链中含有大量的甲基支链,在红外光谱中存在CH₂-弯曲振动,也存在甲基弯曲振动。CH₃-和CH-的伸缩振动和CH₂-的伸缩振动叠加时,在红外光谱上发生了多重峰现象。在MVQ橡胶红外光谱鉴定结果表明,在Si-CH₃、Si-O、Si-(CH₃)₂都有其相对应的特征峰值。通过分析红外光谱可知,EPDM/MVQ并用橡胶在热失重率为10%时,多处出现了吸收峰,随着热失重率的增加,峰值铸件变强,其中多重峰发生在热失重率达到30%时峰值达到顶峰。具体红外光谱鉴定结果如图3所示:

图3 EPDM/MVQ并用橡胶红外光谱鉴定结果图

4 结束语

综上所述,本文通过实验,分析了红外光谱法鉴定并用橡胶成分,分析结果表明,并用橡胶成分负责,传统化学检测方法,具有一定的局限性,无法准确检测出并用橡胶的成分。红外光谱法是一种全新的鉴定方法,可从分子角度来鉴定并用橡胶的成分。并用橡胶成分的红外光谱分析,可通过橡胶的特征峰值来完成并用橡胶的成分的定性鉴定。而在二元并用橡胶成分鉴定中,并用比越大,特征官能团的含量也就越大,红外光谱的吸光度比值就越小,从而准确获知并用橡胶的成分。

[参考文献]

- [1]宋伟,樊艳艳,李道豫,等.红外光谱法鉴别阀冷系统用O型圈材质的研究[J].特种橡胶制品,2019,40(01):77-78.
- [2]马怀霞,阎凯,Gbadamassi G.O.Dossa,等.基于中红外光谱法土壤理化性质与稳定性同位素剖面分布[J].水土保持研究,2019,26(03):64-71+77.
- [3]高杜娟,赵家琳,赵又穆,等.丁腈橡胶用复合抗氧剂的组成研究[J].当代化工,2019,48(04):79-81+85.