

BR 中顺反结构含量测定

闫福江, 郭鹤莹, 倪淑杰

(三角轮胎股份有限公司, 山东 威海 264200)

摘要: 试验研究红外光谱法测定 BR 中不同结构含量。结果表明, 利用 BR 中各种结构红外吸收中吸光度或透过率的测定值, 可计算 BR 中顺式 1,4-结构、顺式 1,2-结构和反式 1,4-结构的含量。该方法简便、快速, 为 BR 结构分析和控制提供了一种有效手段。

关键词: BR; 顺式结构; 反式结构; 红外光谱法

中图分类号: TQ333.2; O657.33

文献标识码: B

文章编号: 1006-8171(2006)07-0436-02

BR 是轮胎生产常用原材料, 由 1,3-丁二烯单体聚合而成, 由于聚合条件不同会产生不同类型的聚合物, 常见的有 1,4-结构和 1,2-结构, 其中 1,4-结构中有顺式和反式两种结构, 不同结构的 BR 性能有很大差异。本工作用红外光谱法进行 BR 中顺式和反式结构含量测定。

1 实验

1.1 主要原材料

BR, 1[#] 样品为中国石油大庆石化橡胶厂产品, 2[#] 样品为上海高桥石化有限公司产品, 3[#] 样品(低顺式)为德国拜耳公司产品。

1.2 主要测试仪器

550 型红外光谱仪, 美国尼高力公司产品。

1.3 试样制备

将样品剪成约 1 mm³ 的碎块, 取 2~3 g 用滤纸包好置于索氏抽提器中, 加入 40 mL 无水乙醇, 加热抽提 6~8 h, 取出后在 (100±2) °C 恒温干燥箱中加热 1 h。称取 0.5 g 抽提干燥的试样于碘量瓶中, 加入 10 mL 苯, 静置 3~4 h, 得到试样溶液。

1.4 红外光谱测定

用毛细管取几滴试样溶液, 均匀涂于干燥的溴化钾片上, 在红外灯下烘烤, 除去溶剂, 得到薄膜样片, 用红外光谱仪在 2.5~25 μm 波长范围内扫描样片, 记录红外光谱。

2 结果与讨论

2.1 红外光谱分析结果

3 个 BR 样品的红外光谱如图 1 所示。通过红外光谱图的对照分析, 1[#], 2[#] 和 3[#] 样品顺式 1,4-结构的吸收峰分别在 738.0, 738.4 和 726.7 cm⁻¹ 处; 顺式 1,2-结构的吸收峰分别在 912.2, 912.2 和 911.7 cm⁻¹ 处; 反式 1,4-结构的吸收峰分别在 967.6, 967.8 和 965.9 cm⁻¹ 处。

3 个样品中不同结构的透过率及吸光度数据见表 1。

2.2 异构体含量计算

依据朗伯比尔定律, 可用高度比值法计算 BR 中不同结构的含量。例如, BR 中顺式 1,4-结构质量分数(X)按下式计算:

$$X = \frac{\frac{A_1}{K_1}}{\frac{A_1}{K_1} + \frac{A_2}{K_2} + \frac{A_3}{K_3}} = \frac{\frac{-\lg T_1}{K_1}}{\frac{-\lg T_1}{K_1} - \frac{\lg T_2}{K_2} - \frac{\lg T_3}{K_3}}$$

式中 A_1, T_1 ——顺式 1,4-结构在 740 cm⁻¹ 处的吸光度和透过率;

A_2, T_2 ——顺式 1,2-结构在 910 cm⁻¹ 处的吸光度和透过率;

A_3, T_3 ——反式 1,4-结构在 970 cm⁻¹ 处的吸光度和透过率;

K ——消光因数, 顺式 1,4-结构(K_1)为 31.4, 顺式 1,2-结构(K_2)为 117, 反式 1,4-结构(K_3)为 151。

3 个 BR 样品各结构含量计算结果见表 2。

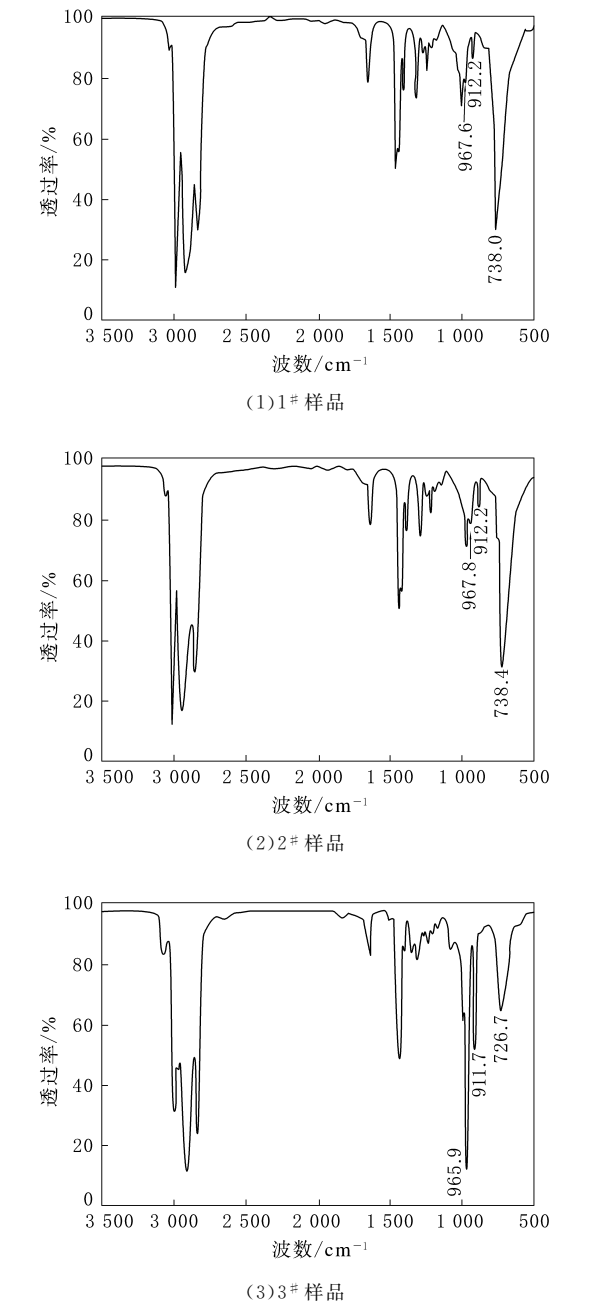


图 1 3 种 BR 样品的红外光谱

表 1 3 个 BR 样品中各结构的红外光透过率及吸光度

项 目	1# 样品	2# 样品	3# 样品
顺式 1,4-结构			
透过率/%	29.13	30.13	64.13
吸光度	0.536	0.521	0.193
顺式 1,2-结构			
透过率/%	89.53	85.23	50.13
吸光度	0.063	0.069	0.300
反式 1,4-结构			
透过率/%	78.23	80.03	10.43
吸光度	0.107	0.097	0.982

表 2 3 个 BR 样品中各结构含量计算结果

样品编号	顺式 1,4-结构	顺式 1,2-结构	反式 1,4-结构
	质量分数	质量分数	质量分数
1#	0.931 8	0.029 5	0.038 6
2#	0.931 0	0.033 1	0.035 9
3#	0.404 3	0.168 3	0.427 4

2.3 影响吸收峰位置的因素

从 3 个不同产地的 BR 样品红外光谱分析可知,各样品特征峰位置不完全一致,这与相邻基团以及整个分子其它部分的影响有关,还与溶剂、测定条件等外部因素有关。

试验研究了制样方法对吸收峰位置的影响。结果表明,热解生胶制膜所得 1#, 2# 和 3# 样品中顺式 1,4-结构吸收峰分别在 742.3, 741.8 和 742.5 cm⁻¹ 处。不同样品测定时应注意各峰位置的变化。但吸收峰位置变化不影响峰高比例,即各结构含量测定结果不受影响。

3 结语

用红外光谱法进行 BR 中顺式 1,4-结构、顺式 1,2-结构和反式 1,4-结构含量测定简便、快速,可为 BR 结构分析和控制提供有效的手段。

收稿日期:2006-02-06

普利司通研发 3 腔轮胎

中图分类号:TQ336.1 文献标识码:D
美国《轮胎商报》2006 年 3 月 27 日 20 页报道:
普利司通公司研发出一种多气腔轮胎/轮辋系统,该系统有 3 个作为压力容器的独立气腔。
为了获得未来的轮胎,普利司通开展了大量的研发工作,于是一种全新的轮胎轮廓诞生了。
轮胎胎里由中心的主腔及两侧的副腔组成,

主腔有自己的胎圈。每个腔的气压可以单独控制,以便能够调整胎面区与左右两胎侧之间的刚性平衡,保证了轮胎在任何条件下与路面的理想接触,行驶稳定,乘坐舒适。同时,也可以根据用户的要求调整轮胎使用性能。
普利司通还将继续努力开发可投入使用的 3 腔轮胎。
(涂学忠摘译)