

气相色谱法测定饱和及不饱和脂肪酸锌盐碳数分布

师利龙, 魏云华

(山东阳谷华泰化工股份有限公司, 山东 聊城 252300)

摘要:研究气相色谱法测定饱和及不饱和脂肪酸锌盐碳数分布。通过复分解反应和酯化反应, 将脂肪酸锌盐转化成脂肪酸甲酯, 然后用气相色谱法测定其相对含量。该方法操作简便, 能够较准确地测定饱和及不饱和脂肪酸锌盐的碳数分布。

关键词:脂肪酸锌盐; 碳数分布; 气相色谱

中图分类号: TQ330.38⁺7; O657.7 **文献标志码:** B **文章编号:** 1006-8171(2014)08-0505-02

饱和及不饱和脂肪酸锌盐是天然橡胶最好的物理塑解剂, 是多用途橡胶加工助剂^[1], 与橡胶相容性极好, 不喷霜, 兼有内、外润滑、塑解及分散功能; 并可改善橡胶的加工工艺, 提高橡胶制品的合格率和尺寸稳定性。它在橡胶的混炼过程中可促进填料和其他助剂的分散, 缩短混炼周期, 降低能耗和胶料的生热及混合粘度; 应用于硫化时可提高硫化胶的抗硫化返原性和耐热性^[2], 同时可提高硫化胶的硬度和耐磨性能。饱和及不饱和脂肪酸锌盐是由脂肪酸与氧化锌反应而成, 由于其碳数分布影响使用效果, 轮胎和橡胶制品生产企业非常关注这一指标。本工作研究气相色谱法测定饱和及不饱和脂肪酸锌盐的碳数分布。

1 实验

1.1 试验原理

饱和及不饱和脂肪酸锌盐沸点较高, 不能直接用气相色谱进行测定, 也不能直接酯化, 因此先利用盐的复分解反应, 将脂肪酸盐转化成脂肪酸, 再利用醇酸酯化法, 将脂肪酸与甲醇酯化成脂肪酸甲酯后进行气相色谱法测定^[3]。

1.2 试验样品

脂肪酸由淄博爱迪森油脂化工有限公司提供, 氧化锌由聊城中兴化工有限公司提供, 所用试剂均为分析纯。

作者简介: 师利龙(1973—), 男, 陕西咸阳人, 山东阳谷华泰化工股份有限公司助理工程师, 学士, 主要从事橡胶助剂质量分析工作。

1.3 仪器及条件

GC-2010 型气相色谱仪, 日本岛津公司产品。氢火焰检测器 FID, 色谱柱 FFAP 规格为 30 m × 0.32 mm × 0.5 μm。

测试条件: 气化室温度 240 °C, 柱温 190 °C, 检测器温度 250 °C, 柱流量 0.85 mL · min⁻¹, 分流比 30, 氢气流量 47 mL · min⁻¹, 空气流量 400 mL · min⁻¹, 进样量 0.4 μL。

1.4 样品制备

(1) 称取含月桂酸(C12:0)、软脂酸(C16:0)、棕榈油酸(C16:1)、硬脂酸(C18:0)、油酸(C18:1)和亚油酸(C18:2)的混合脂肪酸 100 g, 按照饱和及不饱和脂肪酸锌盐生产工艺, 与氧化锌反应制成饱和及不饱和脂肪酸锌盐共 120 g。

(2) 称取经研磨的饱和及不饱和脂肪酸锌盐 0.24 g, 放入 20 mL 具塞试管中, 加入 3 mL 甲醇溶解试样, 置于 50 °C 超声波清洗器中振荡助溶约 2 min; 加入 15 滴浓硫酸, 摇匀, 反应生成脂肪酸和硫酸锌盐; 再向试管中加入 4 mL 甲醇, 盖上塞子剧烈振荡后, 在室温下放置至少 10 min, 使试样酯化充分。酯化完成后, 加入适量水, 再加入 3 mL 乙醚, 剧烈震荡摇匀后静置 1 min, 萃取脂肪酸甲酯, 用干净的注射器取上层清液注入气相色谱进样品瓶。

(3) 称取混合脂肪酸 0.2 g, 放入 20 mL 具塞试管中, 加甲醇 5 mL, 加入 8 滴浓硫酸, 盖上塞子剧烈振荡后, 在室温中放置至少 10 min, 使试样

酯化充分。酯化完成后,加入适量水,再加入 3 mL 乙醚,剧烈震荡摇匀后静置 1 min,萃取脂肪酸甲酯,用干净的注射器取上层清液注入气相色谱进样品瓶。

1.5 测定步骤

待仪器各项操作条件稳定后,将制备好的样品瓶放置在设定的瓶号位置,依次进样分析,待出峰完毕后,用色谱工作站进行结果处理。

2 结果与讨论

2.1 气相色谱分析

脂肪酸和饱和及不饱和脂肪酸锌盐的气相色谱分析谱图分别如图 1 和 2 所示。由图 1 和 2 可以看出,原料脂肪酸与加工成饱和及不饱和脂肪酸锌盐的气相色谱图一致。

2.2 碳数分布计算

由于脂肪酸同系物的响应值相近,可用面积归一化法测定各类脂肪酸的相对含量。测试结果见表 1。

由表 1 可以看出,原料脂肪酸和加工成饱和及不饱和脂肪酸锌盐的保留时间相近,成分相同,各类脂肪酸的含量相近。

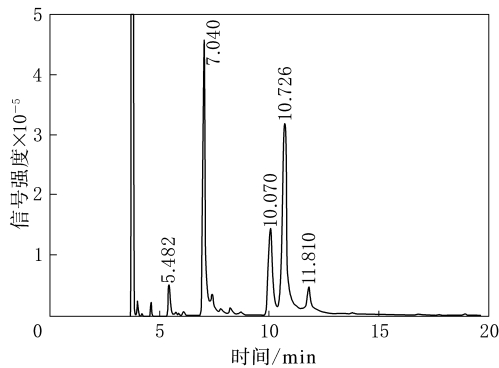


图 1 脂肪酸的气相色谱

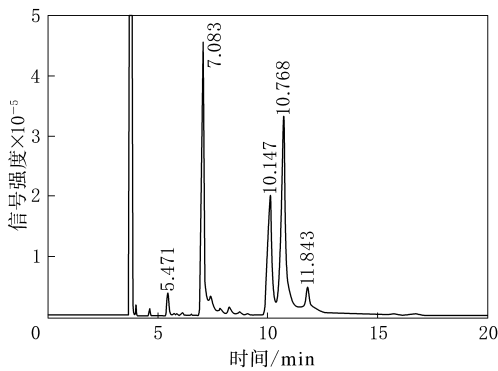


图 2 饱和及不饱和脂肪酸锌盐的气相色谱

表 1 脂肪酸及其锌盐的相对含量测试结果

成 分	饱和及不饱和脂肪酸		饱和及不饱和脂肪酸锌盐	
	保留时 间/min	质量分 数×10 ²	保留时 间/min	质量分 数×10 ²
月桂酸 C12:0	4.658	2.603	4.616	2.559
豆蔻酸 C14:0	5.471	4.408	5.428	4.376
软脂酸 C16:0	7.083	27.200	7.040	27.252
棕榈油酸 C16:1	7.409	3.874	7.373	3.855
硬脂酸 C18:0	10.147	18.901	10.070	18.768
油酸 C18:1	10.768	36.164	10.726	36.536
亚油酸 C18:2	11.843	6.228	11.810	5.900

3 结语

采用气相色谱法测定饱和及不饱和脂肪酸锌盐碳数分布,操作简便,结果可靠,能够较为准确地测定橡胶用饱和及不饱和脂肪酸锌盐的碳数分布。

参考文献:

[1] 刘燕生,高云雪. 不饱和脂肪酸锌盐类加工助剂在橡胶中的应用研究[J]. 轮胎工业,2001,21(8):475-479.
[2] 刘燕生,石桂敏,付静贞,等. 不饱和脂肪酸锌盐的应用效果[J]. 橡胶工业,1994,41(3):148-150.
[3] 王金平. 气相色谱法分析椰子油的脂肪酸[J]. 化学世界,1993(11):550-553.

收稿日期:2014-03-14

国外简讯 2 则

△固铂宣布 2014 年第 1 季度的净销售额为 79 600 万美元,同比下降了 6 500 万美元;营业利润为 8 100 万美元,同比下降了 1 600 万美元。

MTD(www. moderntiredealer. com),2014-05-13

△Federal 公司正在召回某些 10 层级 Couragia A/T 系列轮胎,规格为 LT245/75R16 120/

116Q。这些轮胎胎侧印有 DOT UXA3,产自 2013 年 5 月第 19 周至 2014 年 4 月第 14 周期间;美国国家高速公路交通安全管理局(NHTSA)的 ID 号为 14T004。此次召回涉及轮胎为 6 209 条。NHTSA 故障调查办公室表示,召回轮胎存在钢丝束束层边缘脱层风险,会导致胎肩破裂。

MTD(www. moderntiredealer. com),2014-05-29