



图7 14.887 min未知物的MS谱

从图7可以看出,14.887 min未知物的MS谱与硫代三苯基膦的MS谱(图4)完全吻合,主要峰在 m/z 为183和294等处,因此14.887 min是硫代三苯基膦的出峰位置。

硫化胶游离硫质量分数(A)根据式(1)计算^[2]:

$$A = C_{\text{TPPS}} \times V \times 32.06 \times 10^4 \quad (1)$$

式中, C_{TPPS} 为硫代三苯基膦浓度, V 为定容体积。

本工作中硫化胶的游离硫质量分数为0.000 25,检出限为0.000 3 mol·L⁻¹。

3 结论

(1) 硫化胶中的游离硫与过量的三苯基膦反应生成硫代三苯基膦。通过检测硫代三苯基膦,可以推算出硫化胶游离硫含量。

(2) 采用GC/MS法测试硫化胶中的游离硫含量灵敏度较高,准确性较好,操作简单。

参考文献:

- [1] GB/T 3516—2006, 橡胶中抽出物含量的测定[S].
- [2] ISO DIS 20163—2016, Vulcanized Rubber—Determination of Free Sulfur by Gas Chromatography[S].

收稿日期:2016-10-28

Determination of Free Sulfur Content in Vulcanized Rubber by Gas Chromatography/Mass Spectrometry

ZHU Hong¹, CANG Feifei²

(1. Tianjin Vocational Institute, Tianjin 300410, China; 2. Beijing Research and Design Institute of Rubber Industry, Beijing 100143, China)

Abstract: In this paper, the content of free sulfur in vulcanized rubber was analyzed by gas chromatography (GC)/mass spectrometry (MS). This method was based on the reaction that the free sulfur in the acetone extracted solution from the vulcanized rubber reacted with triphenylphosphine to form stable triphenylphosphine sulfide. Firstly, triphenylphosphine sulfide was analyzed by GC/MS, and then the sulfur content of the unknown sample could be calculated according to the peak area using the standard curve. Compared with the traditional sodium sulfite method, copper spiral method and liquid chromatography, GC/MS method showed better sensitivity, higher accuracy and simpler operation for determination of free sulfur content in vulcanized rubber.

Key words: gas chromatography; mass spectrometry; vulcanizate; free sulfur; triphenylphosphine sulfide

美国商务部暂停征收我国载重子午线轮胎反补贴税

中图分类号:TQ336.1;F752 文献标志码:D

2016年11月3日,美国海关发布公告,根据WTO规则及1930年关税法的要求,美国商务部在对我国载重子午线轮胎反补贴初裁执行120天之后暂停征收反补贴税。

美国海关自2016年11月2日起不再对进口自中国的载重子午线轮胎征收反补贴税。该暂停征收反补贴税的措施将延续至美国国际贸易委员会在联邦公报发布对此案的最终损害裁决时。

据了解,美国商务部终裁时间预计是2017年1月19日;美国国际贸易委员会将于2017年2月22日就损害进行投票。

(本刊编辑部)