

CBS 促进剂(N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺)的测定 分析报告

——鹤壁恒力橡胶助剂有限公司

一、检测方法：

参考客户方法。

二、客户要求：

优化 CBS 促进剂 (N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺) 的分离条件。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 水：纯净水

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器）

4.2.2 分析天平：感量 0.0001g

五、样品制备

5.1 CBS 促进剂 (N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺) 溶液：称取 CBS 促进剂 (N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺) 固体样品 2.9mg，加乙腈超声溶解，用乙腈稀释定容至 10mL，再用乙腈稀释 2 倍，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

六、仪器条件

a) 色谱柱: SunShell C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm

b) 进样量: 20 μL

c) 流速: 1.0 mL/min

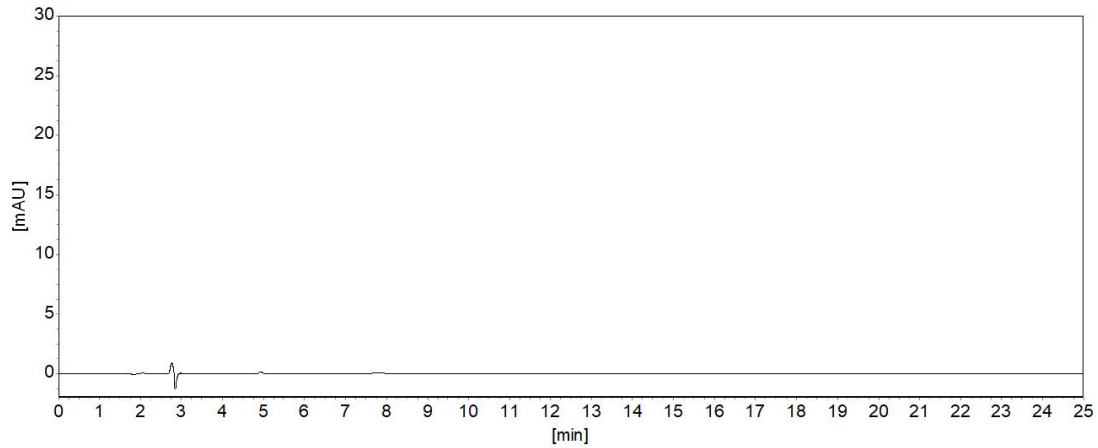
d) 检测器: UV275 nm

e) 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$

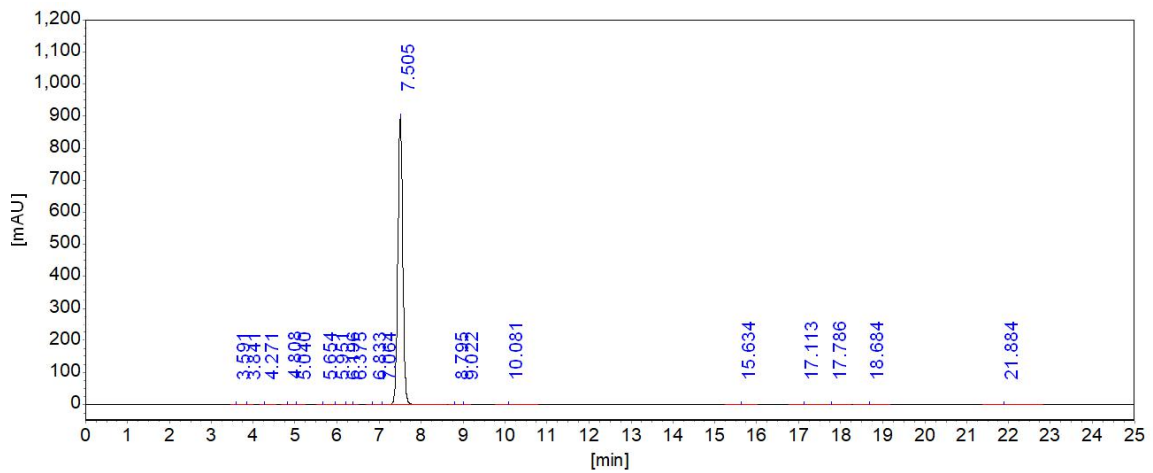
f) 流动相：以乙腈：水=90：10 为流动相

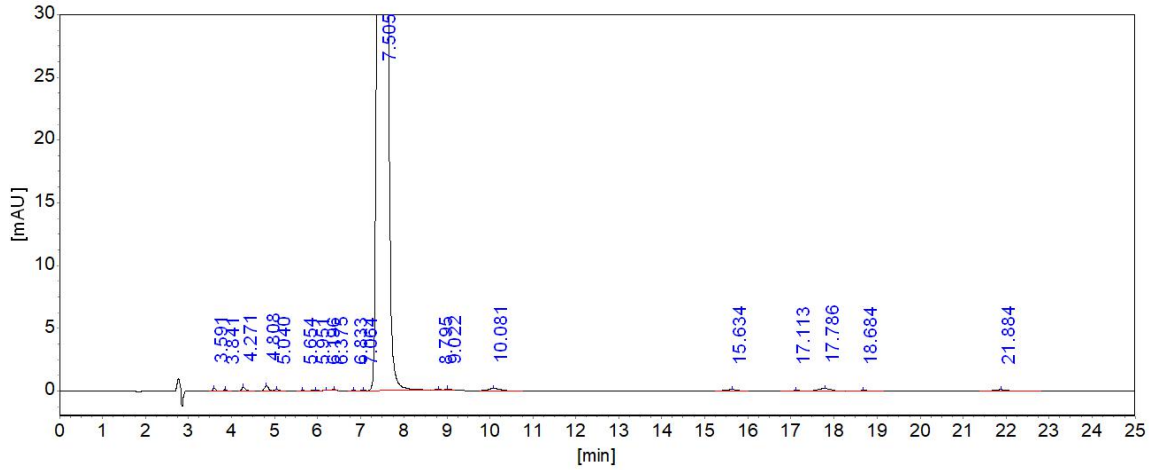
七、分析结果

7.1 乙腈试剂空白谱图



7.2 CBS 促进剂 (N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺) 样品谱图及结果





分析结果表

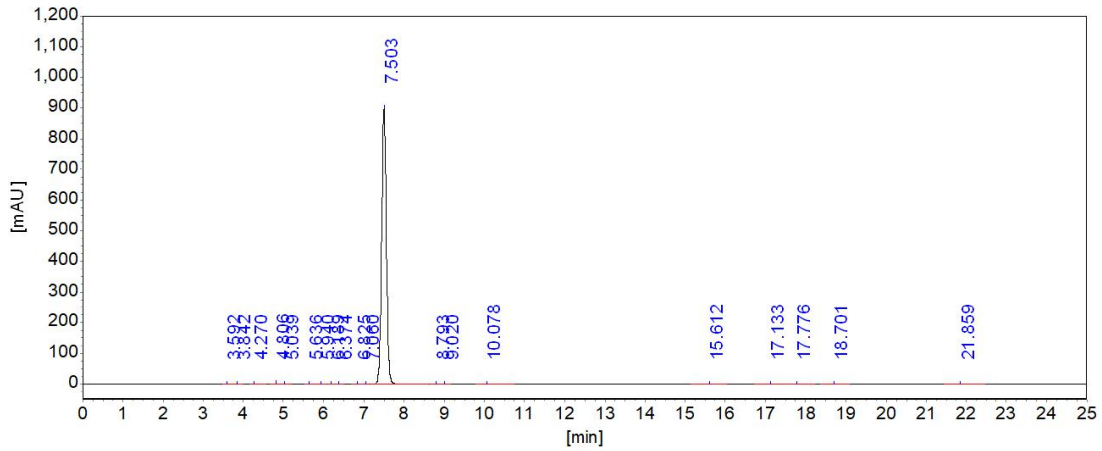
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		3.591	198.5	934.2	0.0129
2		3.841	86.7	485.2	0.0067
3		4.271	292.2	1776.3	0.0245
4		4.808	388.5	2456.0	0.0338
5		5.040	91.3	583.6	0.0080
6		5.654	19.3	168.5	0.0023
7		5.951	40.5	321.5	0.0044
8		6.196	24.5	124.2	0.0017
9		6.375	81.2	550.3	0.0076
10		6.833	43.6	293.7	0.0040
11		7.064	41.0	246.5	0.0034
12		7.505	897919.6	7236902.4	99.7226
13		8.795	44.0	329.3	0.0045
14		9.022	77.5	605.5	0.0083
15		10.081	188.1	3029.4	0.0417
16		15.634	80.8	1394.4	0.0192
17		17.113	27.0	505.8	0.0070
18		17.786	188.4	3369.4	0.0464
19		18.684	39.1	791.1	0.0109
20		21.884	90.3	2169.2	0.0299
总计:			899962.1	7257036.5	100.0000

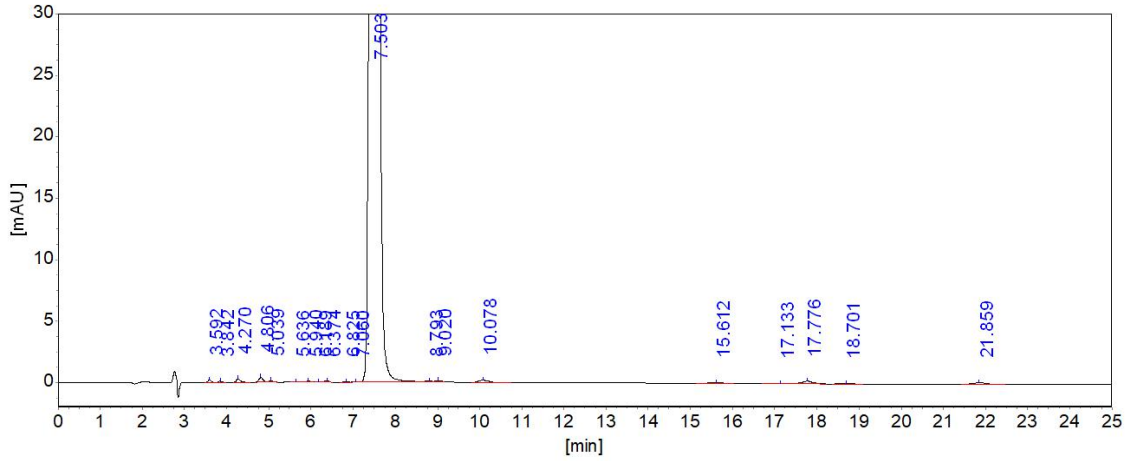
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		3.591	0.07090	0.0000	14216	0	56865	0	0.000	1.178
2		3.841	0.08321	0.0695	11804	50	47215	199	1.912	1.341
3		4.271	0.08405	0.1892	14302	362	57206	1447	3.031	1.565
4		4.808	0.09842	0.3389	13222	847	52890	3388	3.477	1.002
5		5.040	0.09833	0.4034	14555	1202	58219	4810	1.389	1.345
6		5.654	0.14545	0.5743	8370	1114	33482	4455	2.970	0.948
7		5.951	0.12861	0.6571	11863	1865	47452	7462	1.282	0.887
8		6.196	0.08291	0.7254	30946	5470	123784	21878	1.367	0.858
9		6.375	0.10821	0.7750	19227	3666	76910	14662	1.101	1.071
10		6.833	0.11041	0.9026	21218	4775	84870	19102	2.474	0.929
11		7.064	0.09872	0.9670	28368	6856	113470	27422	1.303	0.903
12		7.505	0.12294	1.0897	20644	5613	82577	22454	2.346	1.016
13		8.795	0.12379	1.4490	27967	9791	111867	39163	6.173	0.856
14		9.022	0.12578	1.5123	28505	10329	114019	41314	1.073	1.186
15		10.081	0.24057	1.8071	9729	4032	38915	16128	3.411	1.476
16		15.634	0.25734	3.3533	20448	12133	81792	48530	13.159	0.850
17		17.113	0.30441	3.7651	17509	10931	70035	43724	3.107	0.955
18		17.786	0.27810	3.9526	22662	14434	90646	57736	1.364	1.035
19		18.684	0.30007	4.2026	21479	14016	85918	56063	1.833	1.106
20		21.884	0.35951	5.0937	20528	14344	82113	57374	5.725	1.331





分析结果表

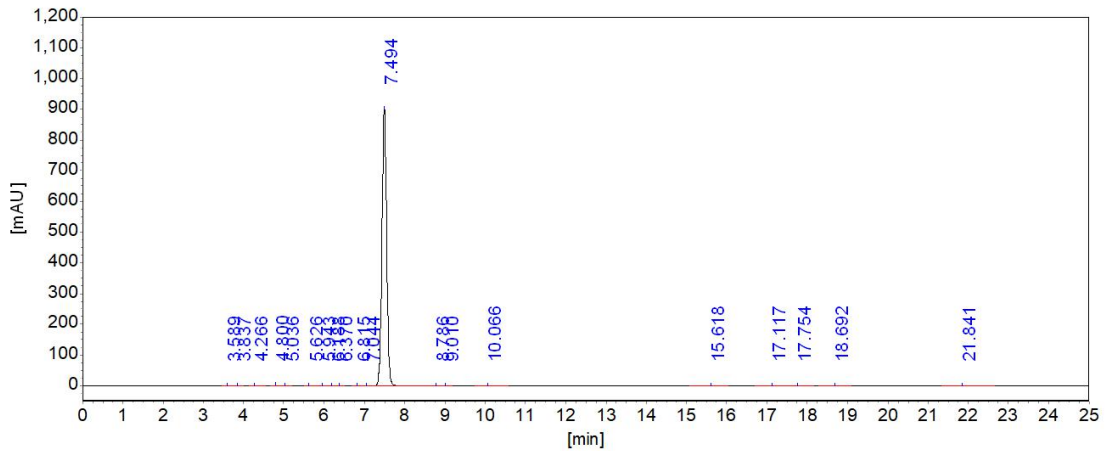
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		3.592	199.5	931.8	0.0128
2		3.842	84.8	479.0	0.0066
3		4.270	290.8	1778.8	0.0244
4		4.806	387.2	2432.8	0.0334
5		5.039	91.7	564.7	0.0078
6		5.636	21.2	174.1	0.0024
7		5.940	43.3	334.6	0.0046
8		6.189	24.5	126.2	0.0017
9		6.374	81.5	554.0	0.0076
10		6.825	43.7	293.1	0.0040
11		7.060	41.1	253.6	0.0035
12		7.503	899659.9	7257072.0	99.7202
13		8.793	45.1	342.4	0.0047
14		9.020	77.7	596.7	0.0082
15		10.078	186.9	2852.9	0.0392
16		15.612	84.5	1547.7	0.0213
17		17.133	27.3	504.1	0.0069
18		17.776	185.9	3319.3	0.0456
19		18.701	38.0	715.4	0.0098
20		21.859	88.9	2051.5	0.0282
21		28.404	14.0	510.3	0.0070
总计:			901717.5	7277435.1	100.0000

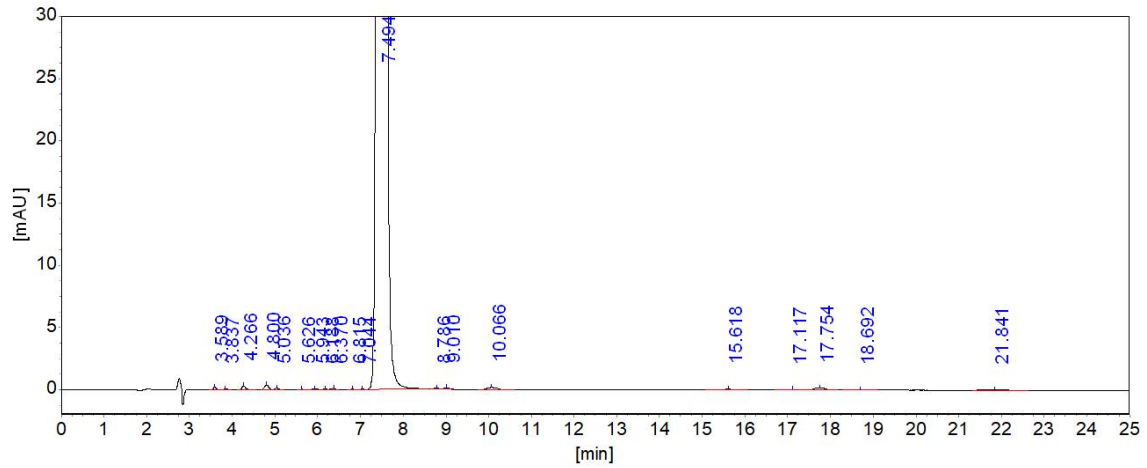
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		3.592	0.07117	0.0000	14109	0	56437	0	0.000	1.133
2		3.842	0.08173	0.0696	12240	52	48959	207	1.929	1.311
3		4.270	0.08434	0.1888	14197	358	56787	1432	3.041	1.548
4		4.806	0.09829	0.3380	13243	845	52971	3380	3.463	1.004
5		5.039	0.09407	0.4031	15897	1312	63588	5248	1.433	1.358
6		5.636	0.12577	0.5693	11126	1464	44504	5857	3.204	1.229
7		5.940	0.12288	0.6537	12944	2023	51778	8091	1.440	0.978
8		6.189	0.08513	0.7232	29281	5158	117125	20631	1.416	0.922
9		6.374	0.11072	0.7746	18358	3498	73434	13990	1.111	1.042
10		6.825	0.10892	0.9003	21756	4883	87024	19534	2.427	1.019
11		7.060	0.10097	0.9657	27087	6537	108346	26148	1.319	0.928
12		7.503	0.12314	1.0889	20566	5589	82266	22354	2.331	1.015
13		8.793	0.12407	1.4482	27828	9737	111310	38949	6.159	0.860
14		9.020	0.12699	1.5114	27951	10123	111802	40492	1.067	1.162
15		10.078	0.23575	1.8059	10124	4194	40497	16775	3.442	1.284
16		15.612	0.26401	3.3467	19373	11484	77491	45938	13.067	0.881
17		17.133	0.29832	3.7702	18273	11415	73093	45660	3.192	0.848
18		17.776	0.27823	3.9493	22614	14399	90455	57595	1.317	1.057
19		18.701	0.29474	4.2069	22304	14560	89216	58238	1.905	1.056
20		21.859	0.34916	5.0860	21713	15164	86850	60654	5.787	1.072
21		28.404	0.43812	6.9082	23285	17768	93140	71074	9.809	2.028





分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		3.589	197.5	926.9	0.0127
2		3.837	86.1	487.1	0.0067
3		4.266	291.2	1759.5	0.0242
4		4.800	387.3	2431.2	0.0334
5		5.036	87.5	524.1	0.0072
6		5.626	20.1	165.2	0.0023
7		5.943	43.0	348.7	0.0048
8		6.188	24.8	129.7	0.0018
9		6.370	80.4	526.5	0.0072
10		6.815	42.3	286.8	0.0039
11		7.044	41.3	248.9	0.0034
12		7.494	900828.9	7256527.5	99.7265
13		8.786	45.8	342.6	0.0047
14		9.010	77.6	609.7	0.0084
15		10.066	186.6	2848.4	0.0391
16		15.618	85.4	1614.3	0.0222
17		17.117	25.9	499.9	0.0069
18		17.754	188.5	3373.7	0.0464
19		18.692	39.2	750.2	0.0103
20		21.841	88.2	2027.2	0.0279
总计:			902867.6	7276428.4	100.0000

系统评价表

柱长：250mm

死时间：

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		3.589	0.07086	0.0000	14208	0	56831	0	0.000	1.112
2		3.837	0.08156	0.0693	12264	52	49057	206	1.925	1.315
3		4.266	0.08346	0.1886	14471	365	57885	1458	3.063	1.578
4		4.800	0.09831	0.3375	13207	841	52829	3364	3.469	1.016
5		5.036	0.09322	0.4032	16168	1335	64670	5340	1.452	1.276
6		5.626	0.14016	0.5676	8925	1170	35700	4681	2.983	1.171
7		5.943	0.13013	0.6560	11555	1813	46219	7253	1.385	0.960
8		6.188	0.08547	0.7244	29039	5125	116156	20499	1.343	0.870
9		6.370	0.10644	0.7750	19843	3783	79372	15132	1.117	1.101
10		6.815	0.10986	0.8989	21315	4777	85260	19107	2.426	1.020
11		7.044	0.09972	0.9628	27643	6652	110572	26606	1.291	0.994
12		7.494	0.12297	1.0883	20578	5589	82312	22356	2.386	1.017
13		8.786	0.12186	1.4482	28799	10077	115194	40308	6.224	0.874
14		9.010	0.12664	1.5107	28044	10153	112176	40613	1.065	1.131
15		10.066	0.23382	1.8050	10268	4252	41071	17007	3.458	1.180
16		15.618	0.26933	3.3520	18629	11051	74515	44206	13.020	0.837
17		17.117	0.30766	3.7696	17148	10711	68592	42845	3.065	0.834
18		17.754	0.28033	3.9473	22221	14146	88886	56584	1.280	1.071
19		18.692	0.29313	4.2085	22526	14707	90103	58826	1.929	0.940
20		21.841	0.34986	5.0860	21591	15078	86362	60313	5.779	1.319

说明：（1）客户提供的 GB/T21184-2007 标准中色谱柱柱长 200mm，流速 2.0mL/min，流动相为乙腈：水=80：20，客户使用柱长 250mm 的色谱柱，按 GB/T21184-2007 标准中的色谱条件进行分离，没有得到满意的分离结果。我们参考该标准，优化了 CBS 促进剂（N-环己基-2-苯并噻唑次磺酰胺）的分离条件，将流速设置为 1.0mL/min（流速太大会使系统压力增高，增大泵的磨损，还会使色谱柱中固定相流失严重，缩短色谱柱的寿命），以乙腈：水=90：10 为流动相进行测定，得到了满意的分析结果。

（2）样品溶液浓度应根据检测的响应值，控制在一定的范围内，太大或太小都会使测定结果不准确。

以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。