

马来海松酸三月桂酯的合成及表征



WANG Chun-ping

王春平¹, 雷福厚^{1,2*}, 李浩¹, 李鹏飞^{1,2}, 侯文标³, 江文夺³

(1. 广西民族大学化学与生态工程学院, 广西 南宁 530006; 2. 广西林产化学品开发与应用重点实验室, 广西 南宁 530006; 3. 广西梧州日成林产化工股份有限公司, 广西 梧州 543100)

摘 要: 以马来海松酸和月桂醇为原料, 对甲苯磺酸为催化剂, 正辛烷为带水剂, 合成了增塑剂马来海松酸三月桂酯。考察了各因素对酯化反应的影响, 经正交试验得到的最佳工艺条件为: n (马来海松酸): n (月桂醇) 1:5, 催化剂用量为马来海松酸质量的 3.6%, 反应温度 200~210 °C, 带水剂正辛烷 15 mL, N₂ 保护下反应 8 h, 产物为浅黄透明油状液体。通过 HPLC 测定酯色谱纯度为 99.14%, 采用 ¹H NMR、¹³C NMR 及 FT-IR 对产物进行了结构表征, 元素分析确定了产物分子式为 C₆₀H₁₀₆O₆。测得其酸值 0.98 mg/g、加热减量 ≤ 0.08%、体积电阻率 2.6 × 10¹¹ Ω·m、开口闪点 269 °C、凝固点 -55 °C、密度 0.980 g/cm³、折光率 1.484 6、含水量 0.08%、黏度 0.200 Pa·s、测定了其热重-差热曲线, 结果表明, 马来海松酸三月桂酯色泽浅, 体积电阻率大, 闪点高, 黏度低, 加热后酸值、色泽与加热前变化较小, 耐挥发性好, 符合增塑剂的要求, 且一些指标比同类型产品性能好。

关键词: 马来海松酸; 马来海松酸三月桂酯; 增塑剂; 月桂醇; 合成

中图分类号: TQ351.471

文献标识码: A

文章编号: 0253-2417(2011)04-0046-07

Synthesis and Structural Characterization of the Plasticizer Tri-lauryl Maleopimarate

WANG Chun-ping¹, LEI Fu-hou^{1,2}, LI Hao¹, LI Peng-fei^{1,2}, HOU Wen-biao³, JIANG Wen-duo³

(1. College of Chemistry and Ecological Engineering, Guangxi University for Nationalities, Nanning 530006, China;

2. Key Laboratory of Development and Application of Forest Chemicals of Guangxi, Nanning 530006, China;

3. Wuzhou Sun Shine Forestry and Chemicals CO., LTD. of Guangxi, Wuzhou 543100, China)

Abstract: The plasticizer tri-lauryl maleopimarate was synthesized from maleopimaric acid (MPA) and lauryl alcohol using *p*-toluenesulfonic acid as catalyst and *n*-octane as water entrainer. The optimal synthesis conditions were as follows: n (MPA): n (lauryl alcohol) 1:5, catalyst dosage (3.6% of mass MPA), the water entrainer *n*-octane 15 mL, reaction time 8 h, reaction temperature 200–210 °C under nitrogen atmosphere. The contents of tri-lauryl maleopimarate reached 99.14% by HPLC. The structure of tri-lauryl maleopimarate was characterized by FT-IR, ¹H NMR and ¹³C NMR respectively. The molecular formula of tri-lauryl maleopimarate determined by elementary analysis was C₆₀H₁₀₆O₆. The properties of the product were as follows: acid value 0.98 mg/g, heat weight loss 0.08%, volume electric resistivity 2.6 × 10¹¹ Ω·m, open-cup flashing point 269 °C, freezing point -55 °C, density 0.980 g/cm³, index of refraction 1.484 6, moisture content ≤ 0.08%, viscosity 0.200 Pa·s, respectively. TG-DSC curve of product was also measured. The results confirmed that it could satisfy the requirements of plasticizer.

Key words: maleopimaric acid; tri-lauryl maleopimarate; plasticizer; lauryl alcohol; synthesis

进入 21 世纪以来, 随着世界各国对环境保护意识的提高, 对各类绿色化学产品需求逐渐增大, 一些占据市场主导地位的、对人类和环境有毒害、有污染的增塑剂目前在世界范围内已被限制使用^[1-2]。2003 年 1 月, 欧盟通过了 RoHS 指令, 美国、日本、韩国等也相继出台了类似规定, 对增塑剂邻苯二甲酸

收稿日期: 2010-12-07

基金项目: 广西科学研究与技术开发资金资助项目(桂科攻 0895003-9)

作者简介: 王春平(1984-), 女, 江苏淮安人, 硕士生, 主要从事天然产物开发与应用研究; E-mail: 1006182680@qq.com

* 通讯作者: 雷福厚(1965-), 男(土家族), 湖北恩施人, 博士生导师, 主要从事天然资源化学应用研究; E-mail: leifuhou@163.com。

二异辛酯(DOP)等提出了更高的纯度及卫生要求^[3-4]。中国作为全球制造业和产品出口大国,70%以上的出口产品涉及到RoHS指令,这尤其影响到我国玩具的出口,也必然会遏制其相关产业链的发展,因此寻找低渗出、低迁移或低毒性甚至无毒性的新型高效增塑剂势在必行^[5-9]。利用松香及其衍生物合成的松香基增塑剂具有无毒、增塑性好、易降解、污染小、生态性能优良等特点^[10-13],但目前相关文献中少见报道。王定选等^[14-15]曾合成的马来海松酸三酯可作为105℃电缆增塑剂;黄煥^[16]制备了马来海松酸三异辛酯,产品各项指标均达到耐热耐久增塑剂的要求,耐热稳定性和电绝缘性尤其优越。因此,开发松香基增塑剂不仅可以减少健康危害和环境污染^[17],而且可以带动国内松香深加工产业以及增塑剂相关产业的发展,促进经济发展。本研究首次以马来海松酸和直链的月桂醇为原料,正辛烷为带水剂,价廉易得的对甲苯磺酸为催化剂,在N₂保护下合成了马来海松酸三月桂酯。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

马来海松酸(自制,质量分数99.59%),其它试剂均为市售分析纯或化学纯产品。

红外光谱仪:Magna FT-IR Nicolet 550 II,美国Nicolet仪器公司;高效液相:Waters 1525 Pump, Waters 2489 UV/VIS Detector,美国Waters公司;核磁共振仪:Varian INOVA 600MHz,美国Varian公司;Bruker AV600MHz,德国Bruker公司;元素分析仪:Perkin Elmer-2400 II,美国PerkinElmer公司;差热扫描量热仪:DSC-7,美国PerkinElmer公司;CXE-XZ-264克利夫兰开口闪点测定仪,北京恒奥德仪器仪表有限公司;2WA-J阿贝折射仪,上海光学仪器五厂;SF-3型微量水分测定仪,淄博淄分仪器有限公司;NDJ-79型旋转式黏度计,同济大学机电厂。

1.2 马来海松酸三月桂酯的合成

将0.1 mol 马来海松酸、一定量的月桂醇和一定体积的正辛烷加入500 mL三颈瓶中,装上温度计、N₂导管、搅拌器、分水器和回流冷凝管。在N₂保护下开始加热,待马来海松酸溶解后,加入对甲苯磺酸,搅拌均匀后,取样按GB/T 1668-2008测定初始酸值。体系开始回流时,记录反应温度和反应时间并及时分水。维持回流温度,每隔一定时间测定酸值,从分水器中收集反应生成的水,当收集的水量接近3.6 mL,且酸值不再明显降低时,表明反应到终点,即停止反应。待物料冷至100℃以下,将其转入分液漏斗,加入质量分数为5%的Na₂CO₃水溶液中和至中性,弃去水层,再用蒸馏水洗4次,分出水层。油层经减压蒸馏除去正辛烷、少量残留水及过量的月桂醇,得到浅黄色透明油状液体(见图1)。

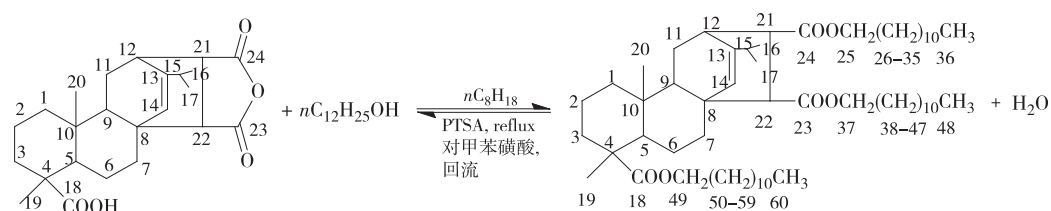


图1 马来海松酸三月桂酯合成示意图

Fig.1 Scheme for synthesis of tri-lauryl maleopimarate

1.3 马来海松酸三月桂酯的测试

FT-IR分析:采用KBr压片,测定范围为4000~500 cm⁻¹;¹H NMR分析:TMS为内标,CDCl₃为溶剂;¹³C NMR分析:TMS为内标,CD₃OD/CDCl₃为溶剂;HPLC分析:Waters XTerraRP18柱(3.5 μm, 4.6 mm × 150 mm),柱温30℃,流动相为甲醇,流速1 mL/min,检测波长205 nm,进样量25 μL;TG-DSC分析:采用程序升温法,升温范围30~600℃,升温速度15℃/min,铝质样品池,样品质量11.602 mg,氮气气氛下测试;色泽、闪点、加热减量、体积电阻率检测方法参见文献[10]。

2 结果与讨论

2.1 马来海松酸三月桂酯的合成

实验得到浅黄色透明油状液体 84.8 g(理论产量为 92.3 g),产率 91.9%。

2.2 正交试验设计

影响酯化的重要因素是马来海松酸与月桂醇物质的量比(酸醇比)、催化剂用量、反应时间、反应温度。反应温度与物料配比有关,采用一定体积的正辛烷做带水剂,可以促进反应进行,然而带水剂用量少则起不到较好的带水效果,反应体系中化学平衡成为控制步骤;用量过多则导致反应温度过低,反应体系中化学动力学成为控制步骤,因而存在一最佳带水剂用量。通 N_2 对防止产品颜色加深有重要影响,且能将水及时带出反应体系,促进反应正向进行,从而缩短反应时间。通过正交试验探索合成马来海松酸三月桂酯的最佳工艺条件,采用 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,其正交方案见表 1。

表 1 正交试验方案及结果

Table 1 Orthogonal experiment design and results

编号 No.	A $n(\text{马来海松酸}):n(\text{月桂醇})$ $n(\text{MPA}):n(\text{lauryl alcohol})$	B 催化剂用量/% amount of catalyst	C 反应时间/h reaction time	D 反应温度/ $^{\circ}\text{C}$ reaction temperature	酸值/ $(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$ acid value
1	1:4	2.8	6	160~175	10.81
2	1:4	3.6	8	175~190	9.24
3	1:4	4.4	10	190~200	8.82
4	1:5	2.8	8	190~200	5.39
5	1:5	3.6	10	160~175	4.30
6	1:5	4.4	6	175~190	7.56
7	1:6	2.8	10	175~190	8.53
8	1:6	3.6	6	190~200	7.78
9	1:6	4.4	8	160~175	6.69
k_1	9.600	8.233	8.733	7.333	
k_2	5.767	7.100	7.100	8.433	
k_3	7.667	7.700	7.200	7.267	
R	3.833	1.133	1.633	1.166	

由表 1,根据极差 R 值大小可以看出,4 个因素对产物酸值的影响为: $R_A > R_C > R_D > R_B$,即酸醇比影响最大,其次为反应时间和反应温度,催化剂用量影响较小。从 k 值可以看出每个因素的较优水平分别为: A_2 、 B_2 、 C_2 、 D_3 ,即酸醇比 1:5,催化剂用量为马来海松酸质量的 3.6%,反应时间 8 h,反应温度 190~200 $^{\circ}\text{C}$,由此得出优化方案是 $A_2B_2C_2D_3$ 。从 D 因素的 $k_3 < k_1 < k_2$ 来看,继续升高反应温度对降低酸值更有利,因此以上述优化方案为参照,即在酸醇比 1:5,催化剂用量为马来海松酸质量的 3.6%,反应时间 8 h 条件下,做升高温度对酸值影响的单因素试验,结果见表 2。

表 2 反应温度对酸值影响

Table 2 Effect of reaction temperature on the acid value

实验号 No.	反应温度/ $^{\circ}\text{C}$ reaction temperature	酸值/ $(\text{mg}\cdot\text{g}^{-1})$ acid value	产品色泽 color of product
1	190~200	2.34	浅黄 buff
2	200~210	1.11	浅黄 buff
3	210~225	3.55	黄色 yellow
4	225~250	7.78	棕黄 brown

从表 2 可以看出,按试验 2 方案,选择酸醇比 1:5,催化剂用量为马来海松酸质量的 3.6%,反应时间 8 h,反应温度 200~210 $^{\circ}\text{C}$ 条件所得产物酸值最低,色泽浅,此时正辛烷 15 mL。再升高反应温度,需要进一步减少带水剂体积,则较难形成正辛烷、生成水、月桂醇三元混合物,体系没有回流液,生成的水无法立刻脱离反应体系,温度上下波动较大,较难控制,酸值升高,副产物增加,产品色泽加深。故 200~

210 °C 为最佳反应温度,正辛烷 15 mL 为最佳带水剂用量。

由上述试验得出的最佳条件为: n (马来海松酸): n (月桂醇)1:5,催化剂用量为马来海松酸质量的 3.6%,反应温度 200~210 °C,正辛烷体积 15 mL, N_2 保护回流 8 h,在此条件下进行了 3 组验证实验,结果见表 3。

表 3 最佳条件下验证试验的重现性

Table 3 Repetition of reaction under optimum conditions

实验号 No.	酸值/($mg \cdot g^{-1}$) acid value	酯含量/% ester content	产率/% yield	产品色泽 color of product
1	1.11	99.12	91.8	浅黄 buff
2	1.24	99.05	91.6	浅黄 buff
3	0.98	99.26	92.3	浅黄 buff
均值 average value	1.11	99.14	91.9	

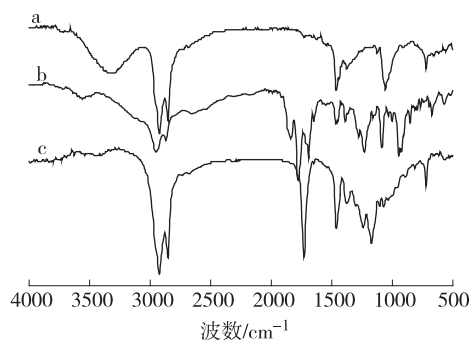
由表 3 可知,最佳试验条件下,平均酸值为 1.11 mg/g,平均酯含量为 99.14%,平均产率 91.9%,产品色泽都为浅黄,表明最佳条件稳定性很好,在此条件下得到的酯化产品较好。

2.3 马来海松酸三月桂酯的结构表征

2.3.1 元素分析 马来海松酸三月桂酯元素分析值(理论值,%):C 78.43(78.04); H 11.78(11.57); O 10.19(10.40)。从元素分析结果看,合成产品的 C、H、O 比例和理论值基本相符。

2.3.2 FT-IR 分析 马来海松酸三月桂酯的 FT-IR 图见图 2。FT-IR (KBr), ν :产物中 2958 cm^{-1} 为 CH_3 反对称伸缩振动,2858 cm^{-1} 为 $-CH_2-$ 伸缩振动,1727 cm^{-1} 为酯 $C=O$ 伸缩振动,1469 cm^{-1} 为 $-CH_2-$ 剪切振动,1384 cm^{-1} 为 $-CH_3$ 对称伸缩振动,1000~1300 cm^{-1} 为 $C-O-C$ 伸缩振动,721 cm^{-1} 为长链 $-CH_2CH_2-$ 伸缩振动。产物和原料谱图相比,明显变化是月桂醇 3329 cm^{-1} 处 $-OH$ 和马来海松酸 3355 cm^{-1} 处 $-OH$ 的消失及马来海松酸 1845、1779 cm^{-1} 处酸酐 $C=O$ 耦合振动产生的双峰和 1688 cm^{-1} 处羧酸 $C=O$ 峰的消失,产物 1727 cm^{-1} 处酯 $C=O$ 峰的产生。以上特征红外吸收峰的消失和生成说明马来海松酸和月桂醇发生了酯化反应,且反应较彻底。

2.3.3 1H NMR 分析 马来海松酸三月桂酯的 1H NMR 谱图见图 3。在 1H NMR ($CDCl_3$ 作溶剂,Bruker AV 600 MHz,TMS 为内标)中,各类质子的峰面积与质子的数目是成正比关系的,从谱图中可看出共有 106 个 H。一些特征峰的结构归属为: δ 5.297(1H, s, ^{14}CH),4.026~3.892(6H, m, $3 \times ^{25,37,49}CH_2$),2.891~2.589(2H, m, $2 \times ^{21,22}CH$),2.347~2.013(2H, m, $2 \times ^{12,15}CH$),1.058(3H, s, $^{19}CH_3$),1.011~0.999(d, $J=7.2$ Hz, 6H, $2 \times ^{16,17}CH_3$),0.817~0.806(9H, s, $3 \times ^{36,48,60}CH_3$),0.525(3H, s, $^{20}CH_3$)。H 的个数与图 1 结构式吻合,化学位移值与理论值接近,证明产物的结构与目标化合物相符。



a. 月桂醇 lauryl alcohol; b. 马来海松酸 maleopimaric acid;
c. 马来海松酸三月桂酯 tri-lauryl maleopimarate

图 2 原料和马来海松酸三月桂酯红外谱图

Fig.2 FT-IR spectra of raw material and tri-lauryl maleopimarate

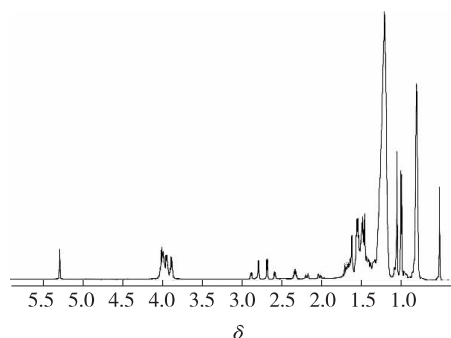


图 3 马来海松酸三月桂酯的 1H NMR 谱图

Fig.3 1H NMR spectrum of tri-lauryl maleopimarate

2.3.4 ^{13}C NMR 分析 ^{13}C NMR 谱图见图4。在 ^{13}C NMR (Varian INOVA 150 MHz, TMS 为内标) 中,通过分析马来海松酸(CD_3OD)和产物(COCl_2) C 峰的化学位移和数目的变化,可以表征马来海松酸三月桂酯的合成过程。由图4(a)和(b)图可知,产物比原料明显多了 δ 70.98、64.87 和 57.13 3 个峰,这3个峰是与酯基紧连的亚甲基的 C 峰,说明马来海松酸和月桂醇发生了酯化反应,从图4(b)产物 C 峰的数目和化学位移分析结果证明产物结构与目标化合物一致^[18]。

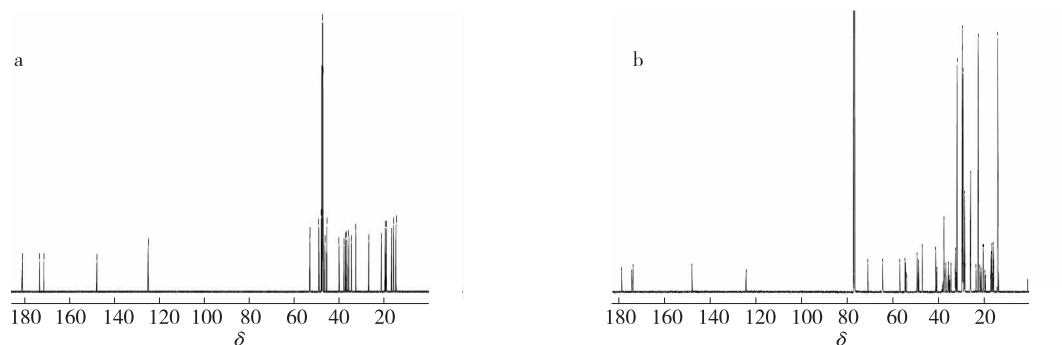


图4 马来海松酸(a)与马来海松酸三月桂酯(b)的 ^{13}C NMR谱图

Fig. 4 ^{13}C NMR spectra of maleopimaric acid (a) and tri-lauryl maleopimarate (b)

2.3.5 HPLC 分析 产物的最大吸收波长为 205 nm,此波长下甲醇存在吸收,故在 2.223 min 处会出现甲醇峰如图5(a)所示。由色谱图5(b)可知,保留时间为 14.063 min 的峰为马来海松酸三月桂酯,面积归一化法计算质量分数为 99.14 %^[19]。

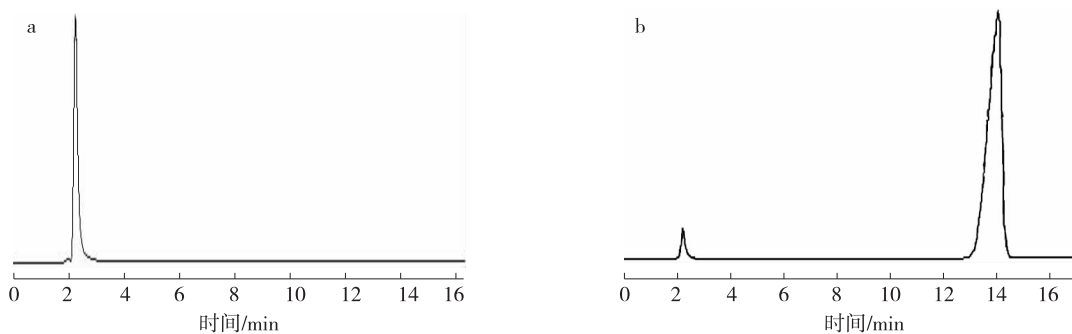


图5 甲醇(a)及马来海松酸三月桂酯(b)高效液相图

Fig. 5 HPLC curves of methanol (a) and tri-lauryl maleopimarate (b)

2.4 马来海松酸三月桂酯的性能检测

2.4.1 热重-差热分析 热重和差热测定样品随温度增加而产物失重(TG 曲线)的过程,失重时的吸收或放出的焓热(DSC 曲线),热稳定性是衡量增塑剂的一个重要指标。

从图6的TG曲线可以看出,马来海松酸三月桂酯失重10%为329 $^{\circ}\text{C}$;失重50%为387 $^{\circ}\text{C}$,此时其结构基本破坏;失重90%为432 $^{\circ}\text{C}$,此时其基本分解完全。DSC曲线显示有两个吸热峰,分别在424和485 $^{\circ}\text{C}$ 处。由此可知,马来海松酸三月桂酯具有优良的耐热性,可作为耐热型增塑剂。

2.4.2 主要指标 参照增塑剂一些常用指标的检测方法^[10]测定了马来海松酸三月桂酯作为增塑剂的常用指标,同时将检测结果与结构类似的马来海松酸三异辛酯(TOMP)^[16]、马来海松酸二丁辛酯(DBOMP)^[14],及在经济发达国家应用已

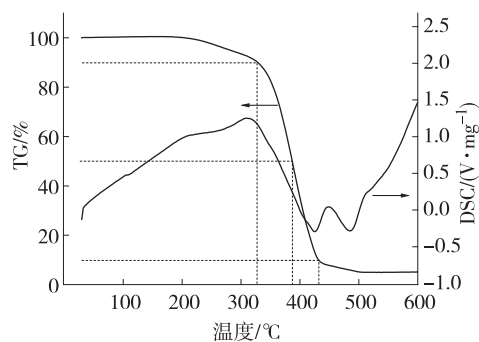


图6 马来海松酸三月桂酯失重差热曲线
Fig. 6 TG and DSC curves of tri-lauryl maleopimarate

经相当广泛的偏苯三酸三(2-乙基)己酯(TOTM)增塑剂(优级品)^[10]进行了对比,结果如表4所示。

表4 马来海松酸三月桂酯(TLMP)性能检测

Table 4 Physical property data of tri-lauryl maleopimarate

项目 items	马来海松酸 三月桂酯 TLMP	马来海松酸 三异辛酯 TOMP	马来海松酸 二丁辛酯 DBOMP	偏苯三酸三 (2-乙基)己酯 TOTM
外观 appearance	透明油状液体 transparent oily liquid			油状液体 oily liquid
色泽(铂钴) color(platinum cobalt)	≤57			≤120
加热后色泽 color after heat	≤63			
酸值 acid value/(mg·g ⁻¹)	0.98	0.45	0.65	0.3
加热后酸值 acid value after heat/(mg·g ⁻¹)	1.23			
加热减量 heat weight loss/%	≤0.08	≤0.1	≤0.17	≤0.15
体积电阻率 volumetric resistivity/(Ω·m)	≥2.6×10 ¹¹	≥2.2×10 ¹¹	≥2.7×10 ¹⁰	≥1×10 ¹⁰
闪点 open-cup flash point/℃	≥269	≥254	≥240	≥240
凝固点 freezing point/℃	≤-55			≤-40
密度(20℃) density/(g·cm ⁻³)	0.980			0.988±0.002
折光率(n _D ²⁰) index of refraction	1.4846			1.484±0.003
含水量 moisture content/%	0.08			0.1
黏度(20℃) viscosity/(Pa·s)	0.200	0.450	0.105	0.242

由表4可以看出,TLMP色泽浅,体积电阻率大,闪点高,耐挥发性好,黏度低,加热后酸值、色泽与加热前变化较小,符合增塑剂的要求,且一些指标比同类型产品性能好。TLMP含有直链醇酯结构,而直链醇酯具有增塑力高、耐寒性高、黏度低、毒性低等特点,这就决定了TLMP内在的这些特性;TLMP理论相对分子质量为923,分子中含有的基团体积大,在聚氯乙烯(PVC)内扩散困难,到达表面的几率小,被抽出和迁移的概率低,具有良好的耐久性,TLMP将是一种结合丰富廉价的可再生林产资源松香,开发利用前景广阔的新型绿色环保增塑剂。

3 结论

3.1 考察了合成马来海松酸三月桂酯的各影响因素,并确定了最佳合成工艺条件:*n*(马来海松酸):*n*(月桂醇)1:5,对甲苯磺酸为马来海松酸质量的3.6%,反应温度200~210℃,带水剂正辛烷15 mL,N₂保护下反应8 h,酸值为1.11 mg/g,酯含量为99.14%,产率91.9%;验证试验表明最佳合成工艺条件具有良好的稳定性,所得产物品质较好。

3.2 FT-IR,¹H NMR,¹³C NMR,HPLC,元素分析等手段对目标产物进行结构表征,确定了产物结构。

3.3 测定了马来海松酸三月桂酯的色泽、酸值、热稳定、加热减量、开口闪点、凝固点、体积电阻、黏度、热重差热曲线等性质,与同类产品比较,结果表明均符合增塑剂的要求,可作为一种性能优良的环保增塑剂。

参考文献:

- [1] RICHARD H M, JOHN H B, RAYMOND M D, et al. NTP center for the evaluation of risks to human reproduction reports on phthalates. Addressing the data gaps[J]. Reproductive Toxicology, 2004, 18: 1-22.
- [2] WANG Y Y. Biochemical pathway and degradation of phthalate ester isomers by bacteria[J]. Water Sci&Technol, 2005, 52: 241-248.
- [3] 童全生. 欧盟禁限儿童玩具使用6种增塑剂[J]. 工程塑料应用, 2005, 33(8): 70.
- [4] 林义明. 欧盟 RECDH 规则的实施对我国化工工业的影响与法律对策研究[D]. 上海: 华东政法大学, 2009.
- [5] 胡志鹏. 我国塑料增塑剂面临创新迫在眉睫[J]. 化工经济技术信息, 2008: 17-19.
- [6] 曾韬, 彭淑静, 钱忠卿, 等. 松香脂作增塑剂、增韧剂的研究[J]. 林产化学与工业, 1999, 19(4): 12-16.
- [7] 杨宝柱. 中国塑料助剂业发展现状及趋势分析[J]. 国外塑料, 2010, 28(1): 34-41.
- [8] MUSTAFIZUR R, CHRISTOPHER S B. Ionic liquids. New generation stable plasticizers for PVC[J]. Polymer Degradation and Stability, 2006, 91: 3371-3382.

- [9] FULZELE S V, SATTURWAR P M, DORLE A K. Study of the biodegradation and *in vivo* biocompatibility of novel biomaterials[J]. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2003, 20: 53-61.
- [10] 蒋平平, 周永芳. 环保增塑剂[M]. 北京: 国防工业出版社, 2009: 1-17, 152-183.
- [11] JOHN M. Additives for Plastics Handbook[M]. Kidlington, Oxford, UK. New York: Elsevier Science Ltd., 2001: 169-176.
- [12] GEORGE, WYPYCH. Handbook of Plasticizers[M]. Toronto: Chemistry and Technology Publishing, 2004.
- [13] 石万聪, 司俊杰, 刘文国. 增塑剂实用手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009: 1.
- [14] 王定选, 黄焕, 周浩, 等. 制备马来海松酸三酯增塑剂的方法: CN, 1204643A[P]. 1999-01-13.
- [15] 王定选, 吕宏斌, 张健, 等. 马来海松酸酐合成耐热电缆增塑剂的研究[J]. *林产化学工业*, 1994, 14(增刊): 21-26.
- [16] 黄焕. 林产品合成耐热增塑剂的研究[D]. 南京: 中国林业科学研究院林产化学与工业研究所硕士学位论文, 2001.
- [17] 杨涛, 于同利. PVC中增塑剂迁移和抽出问题[J]. *塑料助剂*, 2009, 5: 13-16.
- [18] 王基夫, 林明涛, 王春鹏. 丙烯酸改性松香(2-甲基丙烯酸氧基乙基)酯的合成和表征[J]. *林产化学与工业*, 2010, 30(3): 24-28.
- [19] 佟美鸿, 刘威, 付玉杰, 等. HPLC法测定木豆中牡荆苷和异牡荆苷含量[J]. *林产化学与工业*, 2008, 28(6): 34-38.

大型精密仪器

准确分析结果

中国林业科学研究院林产化学工业研究所仪器分析中心

中国林业科学研究院林产化学工业研究所仪器分析中心是大型分析仪器科学研究的平台, 江苏省大型仪器协作共用及维修网成员单位。以开展分析测试服务、分析测试技术与方法研究为主要任务。提供无机化合物分析、有机化合物的定性和结构分析、有机化合物组成定量分析、固体粉末或乳液中颗粒的粒度分布测定、微孔物质的比表面积和孔隙度测定等分析测试服务, 承接所内外的样品测试任务。中心现有仪器均为世界著名品牌, 性能可靠, 技术先进。

- 美国 Nicolet 公司 MAGNA-IR550 气相色谱-傅立叶红外联用仪
- 美国 Agilent 公司 6890N/5973N 气相色谱-质谱联用仪
- 美国 PE 公司 PE-AA 300 原子吸收光谱仪
- 英国 Malvern 公司 Mastersizer 2000 激光粒度仪
- 日本 Shimadzu 公司 LC-20A 液相色谱仪
- 日本 Shimadzu 公司 LC-8A 制备液相色谱仪
- 美国 Waters 公司 1515 凝胶色谱仪
- 美国麦克仪器公司 ASAP 2020M 全自动比表面积及物理吸附分析仪
- 美国 Agilent 公司 LC/MSD Trap SL 液相色谱离子阱质谱联用仪
- 美国 PE 公司 Diamond DSC 差示扫描量热仪
- 德国耐驰公司 STA 409 综合热分析仪
- 日本日立公司 S3400N-I 型扫描电子显微镜

法定检验机构 第三方公正评价

国家林业局林化产品质量监督检验站

该检验站是国家林业局授权的法定检测机构, 具有第三方公正地位, 挂靠在中国林业科学研究院林产化学工业研究所。可对下列产品进行质量监督和产品质量检验:

- 脂松香及再加工产品
- 松节油及再加工产品
- 栲胶原料、栲胶产品
- 单宁酸原料、工业单宁酸、工业没食酸、络合剂等
- 活性炭产品
- 其他归口的林化产品

欢迎来人来函联系产品分析和产品质量检验

联系电话: 025-85482448 85482449

传真: 025-85413445

联系地址: 210042 南京市锁金五村 16 号 林化所内

联系人: 谭卫红