

ICS 83.040.20
G 71
备案号: 65397—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5464—2018

硫 化 剂 1,1'-二硫代双己内酰胺 (CLD)

Vulcanizing agent—1,1'-Dicaprolactam disulfide (CLD)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会（SAC/TC35/SC12）归口。

本标准负责起草单位：蔚林新材料科技股份有限公司。

本标准参加起草单位：鹤壁元昊化工有限公司、山西科瀛科技有限公司、山东阳谷华泰化工股份有限公司、宁波艾克姆新材料有限公司。

本标准主要起草人：王志强、屈军伟、李玥、吴振军。

硫 化 剂

1,1'-二硫代双己内酰胺 (CLD)

1 范围

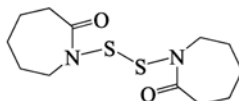
本标准规定了硫化剂 1,1'-二硫代双己内酰胺（简称硫化剂 CLD）的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以己内酰胺、一氯化硫等为主要原料经过缩合反应制得的硫化剂 CLD。

化学名称：1,1'-二硫代双己内酰胺

分子式： $C_{12}H_{20}N_2O_2S_2$

结构式：



相对分子质量：288.42（按 2016 年国际相对原子质量）

CAS RN：23847-08-7

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

3 技术要求

硫化剂 CLD 的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 硫化剂 CLD 的技术要求和相应的试验方法

项 目	指 标	试验方法
外观	白色至淡黄色粉末	4.2
初熔点/℃	≥ 130.0	4.3
加热减量 (75℃±2℃)/%	≤ 0.30	4.4
灰分 (750℃±25℃)/%	≤ 0.50	4.5
筛余物 (150 μm)/%	≤ 0.10	4.6
纯度 (HPLC 法)/%	≥ 97.0	4.7

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。
试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

4.2 外观的测定

在自然光线下目测。

4.3 初熔点的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.1 的规定进行测定。

4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.4 的规定进行测定。电热恒温干燥箱的温度为 75℃±2℃。
两个平行测定值的绝对差值不大于 0.04%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 灰分的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.7 的规定进行测定。称样量为 3 g，精确至 0.000 1 g。高温炉的温度为 750℃±25℃。

4.6 筛余物的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.5.2 干法的规定进行测定。试验筛孔径为 150 μm。
两个平行测定值的绝对差值不大于 0.02%，取其算术平均值作为测定结果。

4.7 纯度的测定

4.7.1 原理

以乙腈-水为流动相，使用 C₁₈ 柱和紫外检测器（波长 254 nm）对样品中的硫化剂 CLD 进行反相高效液相色谱分离和测定，计算方法采用外标法。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 乙腈 [75-05-8]：色谱纯。

- 4.7.2.2 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。
- 4.7.2.3 硫化剂 CLD 标样：纯度 $\geq 99.0\%$ （硫化剂 CLD 经多次重结晶提纯制得，在本标准的色谱操作条件下用高效液相色谱分析的面积归一化法计算）。
- 4.7.3 仪器设备
- 4.7.3.1 高效液相色谱仪：应符合 GB/T 16631 的规定。
- 4.7.3.2 检测器：多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。
- 4.7.3.3 色谱柱：固定相为 C_{18} ，长为 250 mm，内径为 4.6 mm，粒径为 $5\ \mu\text{m}$ ，或相等柱效的色谱柱。
- 4.7.3.4 色谱工作站。
- 4.7.3.5 微量注射器： $50\ \mu\text{L}$ 。
- 4.7.3.6 流动相过滤装置。
- 4.7.3.7 超声波清洗器。
- 4.7.4 色谱试验条件

色谱试验条件如表 2 所示。

表 2 色谱试验条件

项 目	试验条件
流动相 (V/V)	乙腈：水=60：40
流速/(mL/min)	1.0
柱温/℃	40
进样体积/ μL	10
波长/nm	254
定量方法	外标法
注：上述试验条件中的参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的试验参数做适当的调整，以获得最佳效果。	

4.7.5 试验步骤

4.7.5.1 流动相配制

按色谱试验条件要求配制流动相，用孔径为 $0.45\ \mu\text{m}$ 的滤膜真空过滤，用超声波清洗器脱气，备用。

4.7.5.2 标样的测定

称取 0.02 g 硫化剂 CLD 标样，精确至 0.000 1 g。置于 50 mL 容量瓶中，加入适量流动相使溶解，定容至刻度，摇匀，备用。

按照色谱试验条件调整仪器，色谱基线稳定后，用微量注射器吸取 $50\ \mu\text{L}$ 标样溶液注入色谱仪，出峰结束后，色谱工作站计算出标样溶液中硫化剂 CLD 的峰面积。

4.7.5.3 样品的测定

称取 0.02 g 硫化剂 CLD 样品，精确至 0.000 1 g。置于 50 mL 容量瓶中，加入适量流动相使溶解，定容至刻度，摇匀，备用。

按照色谱试验条件调整仪器，色谱基线稳定后，用微量注射器吸取 50 μL 样品溶液注入液相色谱仪，出峰结束后，色谱工作站计算出样品溶液中硫化剂 CLD 的峰面积。

4.7.6 结果计算

硫化剂 CLD 的纯度以质量分数 w 计，按公式 (1) 计算：

$$w = \frac{A_2 m_1 w_1}{A_1 m_2} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_2 ——样品溶液中硫化剂 CLD 的峰面积；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；

w_1 ——标样中硫化剂 CLD 的质量分数；

A_1 ——标样溶液中硫化剂 CLD 的峰面积；

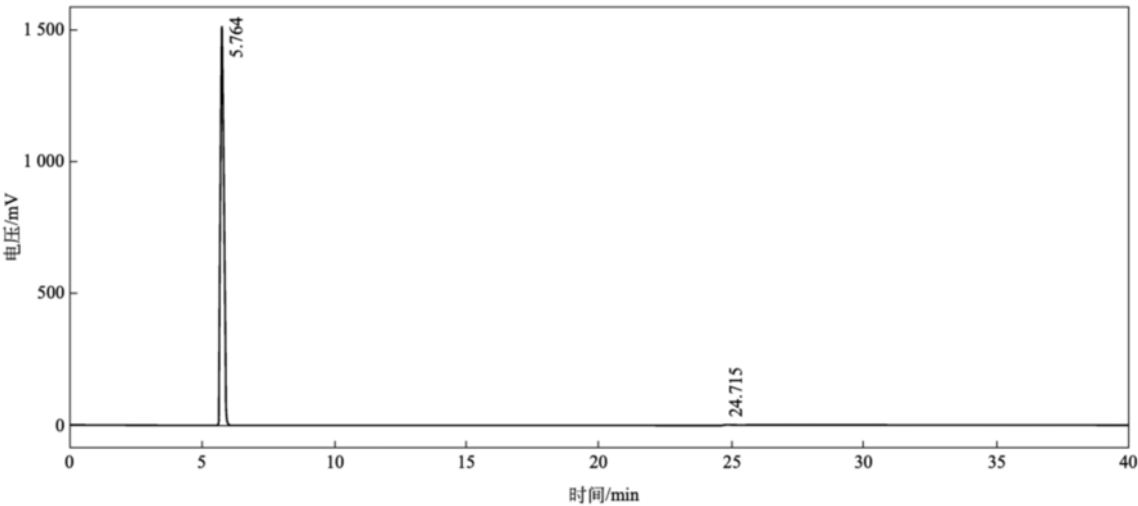
m_2 ——样品的质量的数值，单位为克 (g)。

4.7.7 允许差

两个连续测定值的差值不大于 1.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.7.8 典型色谱图

硫化剂 CLD 的典型色谱图见图 1。



说明：

5.764 min——硫化剂 CLD。

图 1 硫化剂 CLD 的典型色谱图

5 检验规则

5.1 出厂检验

表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 组批规则

本产品以同一生产周期生产的均匀产品为一批。

5.3 采样

以批为单位按 GB/T 6679 的规定采样。采样量不少于 150 g，分装于两个清洁、干燥的磨口瓶（塑料袋）中，密封，瓶（袋）上粘贴标签注明生产厂名称、产品名称、型号、批号、采样日期、采样人等，一瓶（袋）供检验部门检验，另一瓶（袋）保存备查。

5.4 合格判定

本产品出厂检验结果全部符合表 1 的要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若有一项指标不符合表 1 的要求，应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进行全项目复检，复检结果即使只有一项指标不符合表 1 的要求，则判定该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品外包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期、批号、净含量等。并按 GB/T 191—2008 的规定标明“怕晒”“怕雨”等标志。

6.2 包装

本产品应用内衬塑料袋（聚氯乙烯、聚乙烯）的牛皮纸袋包装，每袋净含量 25 kg。也可根据用户要求采取其他包装方式。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、批号、生产日期以及 5.1 规定检验项目的检验数据等。

6.3 运输

本产品可采用一般运输工具运输，运输时要避免日晒、雨淋，在搬运时轻装、轻卸。

6.4 贮存

本产品应贮存在干燥的库房内，离墙壁的距离应大于 0.5 m。不应放置于上下水或暖气设备近旁，以防潮湿或变质，更不能靠近火源。

本产品符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为 12 个月。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
硫 化 剂
1,1'-二硫代双己内酰胺 (CLD)

HG/T 5464—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数15.1千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2564

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：14.00元

版权所有 违者必究