

ICS 71.100.40
G 71
备案号:38586—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4389—2012

硫化剂 DTDM

Vulcanizing agent DTDM

2012-12-28 发布

2013-06-01 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 给出的规则起草。

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归口 (SAC/TC35/SC12)。

本标准负责起草单位:濮阳蔚林化工股份有限公司。

本标准参加起草单位:连云港连连化学有限公司、荣成市化工总厂有限公司。

本标准主要起草人:王志强、屈军伟、宋凤朝、徐治松。

本标准为首次发布。

硫化剂 DTDM

1 范围

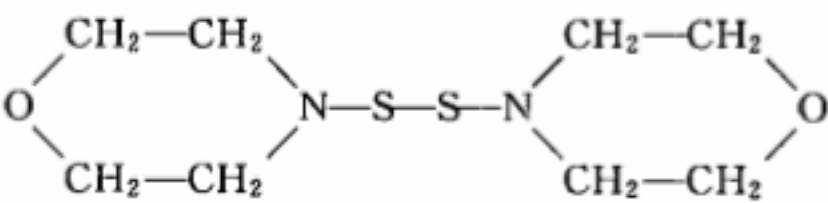
本标准规定了 4,4'二硫化二吗啉(简称硫化剂 DTDM)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以吗啉、一氯化硫为主要原料反应制得的硫化剂 DTDM。

化学名称:4,4'二硫化二吗啉

分子式:C₈H₁₆N₂O₂S₂

结构式:



相对分子质量:236.2(按 2011 年国际相对原子质量)

CAS RN:103-34-4

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,所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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6679—2003 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

3 要求

硫化剂 DTDM 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 DTDM 的技术要求和相应的试验方法

项 目		指标		试验方法
外观		白色晶形粉末	白色至淡黄色颗粒	目测
初熔点/℃	≥	120.0	118.0	GB/T 11409—2008 中的 3.1
加热减量的质量分数/%	≤	0.50	0.50	GB/T 11409—2008 中的 3.4
灰分的质量分数/%	≤	0.30	0.30	GB/T 11409—2008 中的 3.7
筛余物的质量分数(850 μm)/%		0.0	—	GB/T 11409—2008 中的 3.5.2
纯度的质量分数 ^a (HPLC)/%	≥	96.0	95.0	本标准 4.7
^a 纯度为根据用户要求的检测项目。				

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,分析中所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 规定制备,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。

本标准中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 修约值比较法的相关规定。

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 中的 3.1 的规定进行测定。

4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中的 3.4 的规定进行测定,其中烘箱温度为 70℃±2℃。

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,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 的规定进行测定。两次平行测定结果均为 0.0 可记录结果。

4.7 纯度的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 乙腈[75-05-8]:色谱纯;

4.7.1.2 水:应符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.7.2 仪器与设备

4.7.2.1 高效液相色谱仪;

4.7.2.2 紫外检测器;

4.7.2.3 记录系统:色谱工作站或数据处理机;

4.7.2.4 微量注射器:25 μL;

4.7.2.5 超声波清洗器;

4.7.2.6 色谱柱:C18 4.6 mm×250 mm 5 μm。

4.7.3 色谱操作条件

见表 2。

表 2 色谱操作条件

项 目	操作条件
流动相	乙腈:水=70:30
流速	1.0 mL/min
柱温	40℃
进样量	10 μL
波长	254 nm
定量方法	面积归一法

注:上述操作条件中参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当的调整,以获得最佳效果。

4.7.4 操作步骤

4.7.4.1 流动相准备

按色谱条件中要求和 GB/T 603—2002《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》配置流动

相并用超声波清洗器脱气 5 min~10 min。

4.7.4.2 试样制备

称取试样约 0.04 g(精确至 0.1 mg),置于 50 mL 容量瓶中,加适量乙腈溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.7.4.3 试样测定

按照色谱操作条件调整仪器,基线稳定后,用微量注射器吸入试样 10 μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,按面积归一化计算。

4.7.4.4 典型色谱图

见图 1。

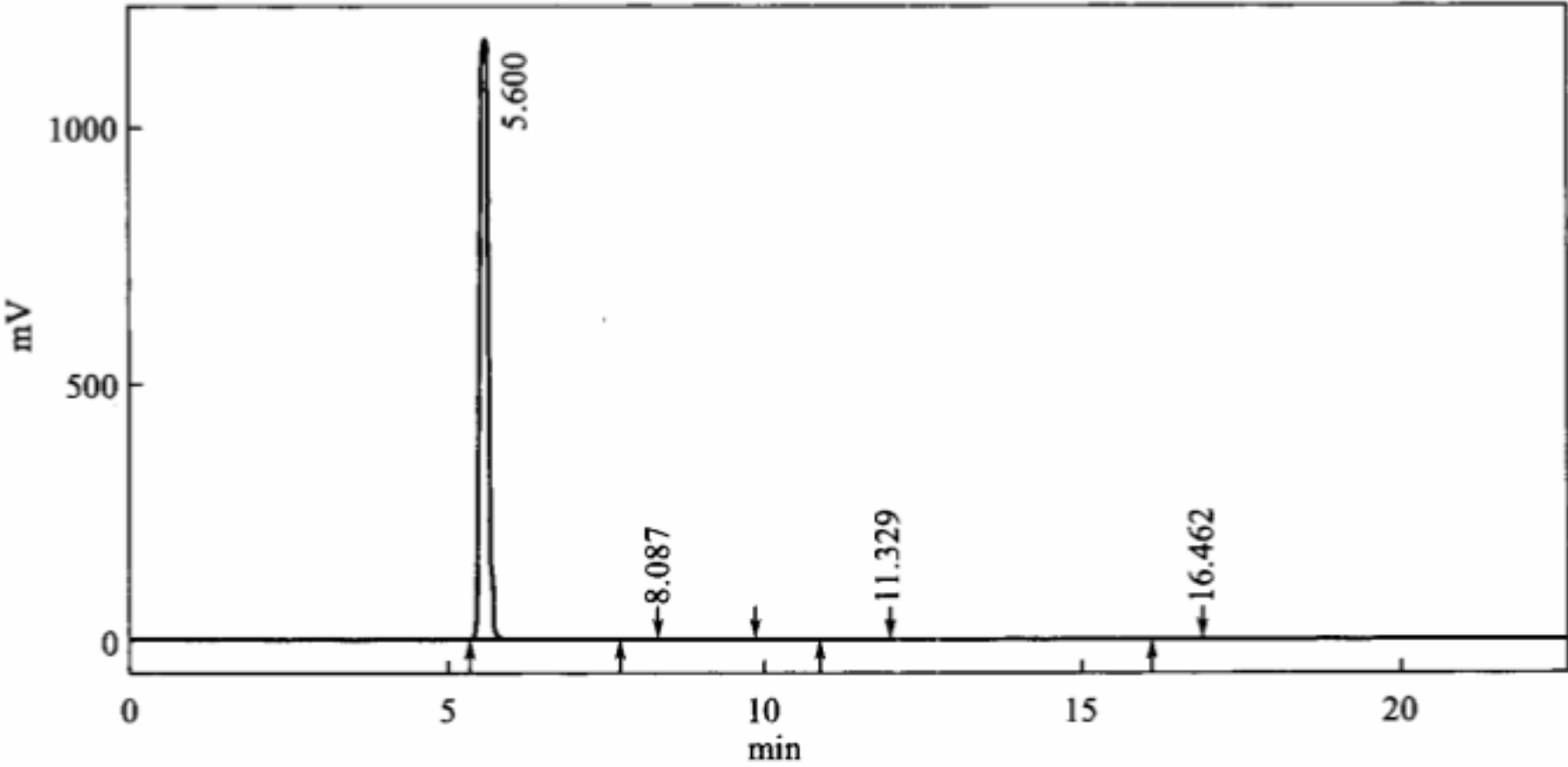


图 1 硫化剂 DTDM 的典型色谱图

4.7.5 结果计算

硫化剂 DTDM 的纯度以质量分数 X_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A——硫化促进剂 DTDM 峰面积的数值;

$\sum A_i$ ——各组分峰面积数值之和。

4.7.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果之差值不得大于 0.5%。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 规定的项目除纯度为根据用户要求的检测项目外,其余均为出厂检验项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、标准号、批号、生产厂名、生产日期、检验员等。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

以批为单位按 GB/T 6679—2003 的规定采样。取样量不少于 300 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、批号、采样日期及采样人姓名,一份由检验部门检验,一份密封保存备查。

5.5 复检

出厂检验结果中若有一项指标不符合本标准要求时,应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,也判该批产品为不合格产品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的每个包装件上应有牢固清晰的标志,其内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量等、并按 GB/T 191—2008 的规定,标明“禁用手钩”、“怕晒”、“怕雨”标志。包装件上应附有标签,标明:批号、生产日期、净含量、标准编号等。

6.2 包装

本产品用编织袋内衬塑料袋或纤维桶或木桶内衬塑料袋包装。每袋(桶)净含量 25 kg 或 20 kg。也可根据用户要求采取其他包装方式。

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。

本产品在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 DTDM

HG/T 4389—2012

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 9 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1449

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

定价:10.00 元

版权所有 违者!