

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4895—2016

橡胶防老剂

N -(1-甲基庚基)- N' -苯基对苯二胺和 2,2,4-三甲基-1,2-二氢化喹啉聚合物 复配物 (8PPD/TMQ)

Blend of rubber antioxidant— N -(1-methylheptyl)- N' -phenyl- p -phenylenediamine
and polymerized 2,2,4-trimethyl-1,2-dihydroquinoline (8PPD/TMQ)

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按 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（SAC/TC35/SC12）归口。

本标准负责起草单位：安徽圣奥化学科技有限公司。

本标准参加起草单位：江苏圣奥化学科技有限公司。

本标准主要起草人：陈新民、唐志民、安方、李锋伟、李世伍。

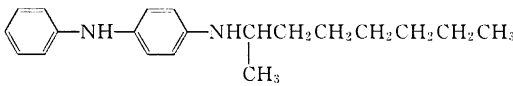
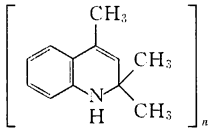
橡胶防老剂
N-(1-甲基庚基)-*N*'-苯基对苯二胺和 2,2,4-三甲基-
1,2-二氢化喹啉聚合物复配物 (8PPD/TMQ)

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 *N*-(1-甲基庚基)-*N*'-苯基对苯二胺 (8PPD) 和 2,2,4-三甲基-1,2-二氢化喹啉聚合物 (TMQ) 复配物 (简称橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物) 的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于由 8PPD 和 TMQ 按照大约 7 : 3 的比例加热复合制得的橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物。

化学名称	<i>N</i> -(1-甲基庚基)- <i>N</i> '-苯基对苯二胺	2,2,4-三甲基-1,2-二氢化喹啉聚合物
分子式	$C_{20}H_{28}N_2$	$(C_{12}H_{15}N)_n$
结构式		
相对分子质量 (按 2013 年国际 相对原子质量)	296.43	—
CAS RN	15233-47-3	26780-96-1

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 190—2009 危险货物包装标志
- GB/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6680—2003 液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 12268—2012 危险货物物品名表

HG/T 4895—2016

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件
GB 15603—1995 常用化学危险品贮存通则

3 要求

橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物的技术要求和试验方法

项 目	指 标	试验方法
外观	暗褐色黏稠液体	4.2
8PPD 含量(HPLC 法)/%	≥ 73	4.3
二聚体、三聚体含量(HPLC 法)/%	≥ 9.0	4.3
黏度(25℃)/(mPa·s)	1 700~2 200	4.4
加热减量(68℃±2℃)/%	≤ 0.50	4.5
灰分(750℃±25℃)/%	≤ 0.10	4.6

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 GB/T 6682—2008 规定的三级水。
本标准中的试验数据的表示和修约规定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 外观的测定

在自然光线下目测。

4.3 橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物中 8PPD 含量和二聚体、三聚体含量的测定

4.3.1 试剂及材料

- 4.3.1.1 蒸馏水。
- 4.3.1.2 乙腈 [75-05-8]：色谱纯。
- 4.3.1.3 8PPD：纯度≥98 %（用 8PPD 气相色谱分析的面积归一化结果作为标准品纯度）。

4.3.2 仪器

- 4.3.2.1 高效液相色谱仪。
- 4.3.2.2 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。
- 4.3.2.3 微量注射器：20 μL。
- 4.3.2.4 超声波清洗器。
- 4.3.2.5 色谱工作站或数据自动处理机。

4.3.3 溶剂制备

- 4.3.3.1 流动相 A：蒸馏水，过滤通过 0.45 μm 过滤器，在用于 LC 之前流动相脱气。

4.3.3.2 流动相 B: 乙腈, 过滤通过 0.45 μm 过滤器, 在用于 LC 之前流动相脱气。

4.3.4 色谱操作条件

色谱操作条件见表 2、表 3。

表 2 液相色谱操作条件

控制参数	操作条件
液相色谱柱	C ₁₈ 柱, 粒径 5 μm, 内径 4.6 mm, 长度 150 mm
柱温/℃	35
检测器波长/nm	236
流速/(mL/min)	1.0
进样体积/μL	5
注: 此系典型操作参数, 可根据不同仪器特点、环境条件对给定操作参数做适当调整。	

表 3 流动相梯度要求

时间/min	A 的体积分数/%	B 的体积分数/%
0	40	60
35.00	0	100
40.00	0	100

4.3.5 绘制外标法标准曲线

分别称取 20 mg、30 mg、40 mg (精确至 0.000 1 g) 标准品 8PPD, 放入 3 个校准过的 10 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释到刻度。放入超声波中 1 min~2 min, 使样品完全溶解。色谱稳定后, 用进样器吸取 5 μL 标准品溶液注入色谱仪。出峰结束后, 色谱工作站计算出峰面积, 用标准品的质量分数与峰面积做标准曲线计算出相对响应因子 *f*。

4.3.6 样品的测定

称取约 0.04 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 放入 10 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释到刻度。放入超声波中 1 min~2 min, 使样品完全溶解。色谱稳定后, 用进样器吸取 5 μL 试样溶液注入色谱仪。出峰结束后, 计算结果。

4.3.7 结果计算

橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物中 8PPD 含量以质量分数 *w*₁ 计, 数值以%表示, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{fA_s}{m} \times w \times 100$$

..... (1)

式中:

f——色谱工作站计算出的 8PPD 的相对响应因子;

A_s——试样溶液中 8PPD 的峰面积;

m——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

w——标准品 8PPD 的质量分数。

HG/T 4895—2016

橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物中二聚体、三聚体含量以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (1 - w_1) \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_i ——二聚体、三聚体组分的峰面积之和；

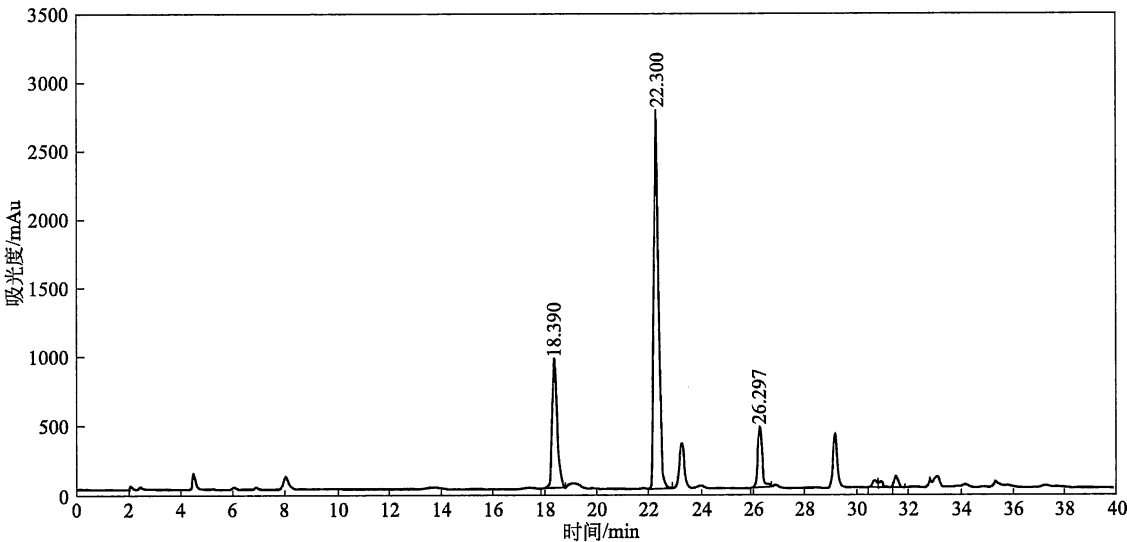
$\sum A_i$ ——扣除 8PPD 组分的峰面积后其他组分的峰面积之和。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 1 %，取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.3.9 色谱图

橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物样品分析典型色谱图见图 1。



说明：

18.390 min —— 二聚体；

22.300 min —— 橡胶防老剂 8PPD；

26.297 min —— 三聚体。

图 1 橡胶防老剂 8PPD/TMQ 复配物样品分析典型色谱图

4.4 黏度的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.8 的规定进行测定。

两次平行测定结果的差值不大于算术平均值的 3 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 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控制在 $68\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，试样量约 3 g（精确至 0.000 1 g），干燥时间 3 h。

两次平行测定结果的差值不大于 0.04 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 灰分的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.7 的规定进行测定。高温炉的温度控制在 $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，试样量

1.5 g~2 g (精确至 0.000 1 g)。

两次平行测定结果的差值不大于 0.04 %，取其算术平均值作为测定结果。

5 检验规则

5.1 出厂检验

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.3 采样

按 GB/T 6678—2003 中 7.6 和 GB/T 6680—2003 的规定，以批为单位采样（以一次混合均匀的产品为一批）。采样时用直径约 10 mm、长约 1 m 的玻璃管，自桶的底部、中部和上部三部分取出等量样品；样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的磨口瓶（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，则判该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的外包装件上应有清晰、牢固的标志，其内容包括：产品名称、标准号、生产厂名称、地址、生产日期、批号、净含量和符合 GB 190—2009 规定的标志以及符合 GB/T 191—2008 中的有关规定的标志。

6.2 包装

本产品用清洁、干燥、坚固的 200 L 金属桶包装，每桶净含量 180 kg，也可以根据用户要求采用其他包装形式。产品的包装应符合 GB 12463—2009 的有关规定。

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

本产品的运输应符合 GB/T 191—2008 的规定。运输过程中应防雨、防晒，搬运时轻装、轻卸，防止包装损坏。

6.4 贮存

本产品的贮存应符合 GB 15603—1995 的有关规定。在规定的运输、贮存条件下，自生产之日起

HG/T 4895—2016

贮存期为 12 个月。

7 安全

根据 GB 12268—2012 的规定，本产品属于第 9 类杂项危险物质和物品，操作时要穿戴好个人防护用品，防止皮肤直接接触。
