

ICS 71. 100. 40

G 71

备案号:38581—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3711—2012

代替 HG/T 3711—2003

---

### 聚氨酯橡胶硫化剂 MOCA

Polyurethane rubber curing agent MOCA

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。

本标准代替 HG/T 3711—2003《硫化剂 MOCA》，与 HG/T 3711—2003 相比，主要技术变化如下：

- 标准名称中增加了“聚氨酯橡胶”；
- 增加了 CAS 号；
- 将原标准中的优级品、一级品改为 I 型和 II 型，取消合格品等级；
- 删除了色泽指标；
- 增加了熔融色泽指标和试验方法；
- 修改了技术要求中的水分指标：I 型产品由原标准中的 0.3 % 提高到本标准的 0.15 %，II 型产品由原标准中的 0.3 % 提高到本标准的 0.20 %。
- 修改了固态密度指标：由原标准的“1.44”改为“1.43~1.45”；
- 增加了纯度指标。

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：苏州市湘园特种精细化工有限公司。

本标准参加起草单位：江苏省滨海县星光化工有限公司、安徽祥龙化工有限公司。

本标准主要起草人：周建。

本标准于 2003 年首次发布，本次为第一次修订。

# 聚氨酯橡胶硫化剂 MOCA

## 1 范围

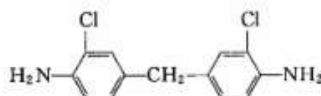
本标准规定了聚氨酯橡胶硫化剂 MOCA 的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由邻氯苯胺、甲醛在酸性介质中反应制得的硫化剂 MOCA。

分子式： $C_{13}H_{12}Cl_2N_2$

化学名称：3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯基甲烷

结构式：



相对分子质量：267.2(按 2011 年国际相对原子质量)

CAS RN:101-14-4

## 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 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6679—2008 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

MOCA 的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表1 MOCA的技术要求和相应的试验方法

项目	指标		试验方法
	I 型	II 型	
外观	白色针状结晶或片状	淡黄色颗粒或粉末	本标准 4.2
初熔点/℃ ≥	102.0	97.0	本标准 4.3
熔融色泽/号 ≤	3	4+	本标准 4.4
水分/% ≤	0.15	0.20	本标准 4.5
固态密度 <sup>a</sup> (24℃)/(g/cm <sup>3</sup> )	1.43~1.45		本标准 4.6
胺值/(mmol/g)	7.4~7.6		本标准 4.7
游离胺含量 <sup>a</sup> / % ≤	1.0		本标准 4.8
纯度/% ≥	95.0	86.5	本标准 4.8
丙酮不溶物/% ≤	0.04		本标准 4.9
<sup>a</sup> 为型式检验项目。			

#### 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、试剂和制品,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 熔融色泽的测定

###### 4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 盐酸[7647-01-0]溶液:1+17;

4.4.1.2 氯铂酸钾[16921-30-5];

###### 4.4.2 标准比色液的配制

准确称取 1.580 0 g 氯铂酸钾(精确到 1 mg),用盐酸溶液溶解稀释至 200 mL,此溶液为 8# 标准色标溶液。1#~7# 色标溶液按表 2 列出的所需 8# 标准色标溶液的量移入 50 mL 比色管,用上述盐酸稀释至刻度。该色标系列有效期为半年。

表2 配制 1#~7# 色标溶液所需 8# 标准色标溶液的体积

色号	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#
8# 色标量/mL	3.48	5.48	8.48	13.16	19.20	26.76	40.50

###### 4.4.3 熔融试样的制备及测定

称取 35 g 的 MOCA 样品加热使其融化(加热时样品最高温度不超过 120℃),移入 25 mL 纳氏比色管中,与色标目测比较,取最接近的色号为熔融色泽测定结果,若介于相邻两色号之间,可用色号后加“+”或“-”表示。

#### 4.5 水分的测定

按 GB/T 6283—2008《化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)》中直接电量滴定法的有关规定进行测定。

#### 4.6 固态密度的测定

按 GB/T 4472—1984《化工产品密度、相对密度测定通则》中的 2.2.3(天平法)的规定进行测定,测定介质使用蒸馏水。

#### 4.7 胺值的测定

##### 4.7.1 原理

在盐酸介质中,样品和亚硝酸钠发生重氮化反应,定量生成重氮盐,用淀粉-碘化钾试纸指示终点。

##### 4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 溴化钾[7758-02-3]溶液:100 g/L;

4.7.2.2 盐酸[7647-01-0]溶液:2 mol/L;

4.7.2.3 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}$ ;

4.7.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

##### 4.7.3 分析步骤

称取试样约 1 g(精确到 1 mg)置于烧杯中,加入盐酸溶液 50 mL,溴化钾溶液 10 mL。在不停地搅拌下,于  $15^\circ\text{C}\sim 20^\circ\text{C}$  以亚硝酸钠标准滴定溶液滴定,滴定时应将滴定管尖端插入液面,临近终点时,加入淀粉碘化钾试纸,将管尖提出液面,继续逐滴滴定到使淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,经过 5 min 后,用同样方法,试纸仍出现微蓝色,即为终点。

##### 4.7.4 结果计算

胺值  $X_1$ ,数值以毫摩尔每克(mmol/g)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{Vc}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——滴定试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

#### 4.8 游离胺及纯度的测定

##### 4.8.1 方法提要

采用高效液相色谱法分离游离胺,并使用面积归一化定量方法计算游离胺含量。

##### 4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 甲醇[67-56-1]:色谱纯;

4.8.2.2 水:二次蒸馏水,经  $0.45 \mu\text{m}$  孔径滤膜过滤。

##### 4.8.3 仪器和设备

4.8.3.1 高效液相色谱仪:配用紫外可见检测器。

4.8.3.2 有机相过滤膜: $0.45 \mu\text{m}$  过滤膜。

4.8.3.3 色谱数据处理机或色谱工作站。

4.8.3.4 微量进样器: $10 \mu\text{L}$  或自动进样器。

4.8.3.5 超声波清洗器。

4.8.3.6 容量瓶:10 mL。

4.8.3.7 移液管:10 mL。

##### 4.8.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 3 规定:

表 3 色谱操作条件

色谱柱	C <sub>18</sub> 反相柱[150 mm×4.6 mm(i. d.)×5 μm]或相当
柱温/℃	30
检测波长/nm	254
流动相	甲醇:水=80:20
流速/(mL/min)	0.6~0.8
进样体积/μL	10
运行时间/min	20

## 4.8.5 测定步骤

## 4.8.5.1 试样的制备

称取 MOCA 试样约 10 mg(精确至 0.1 mg),置于 10 mL 容量瓶内,加入流动相 10 mL 溶解并稀释至刻度,摇匀备用。

吸取上述溶液 1 mL,置于 10 mL 容量瓶内,用流动相定容至刻度,摇匀。用 0.45 μm 过滤膜将试液过滤入样品瓶中供液相色谱测定。

## 4.8.5.2 试样的测定

按照色谱操作条件调整仪器,基线稳定后,用微量注射器吸取上述试液 10 μL 注入高效液相色谱仪中。按面积归一化法进行结果计算,计算结果直接由色谱数据处理机或色谱工作站给出。

## 4.8.6 硫化剂 MOCA 典型色谱图

硫化剂 MOCA 典型色谱图见图 1。

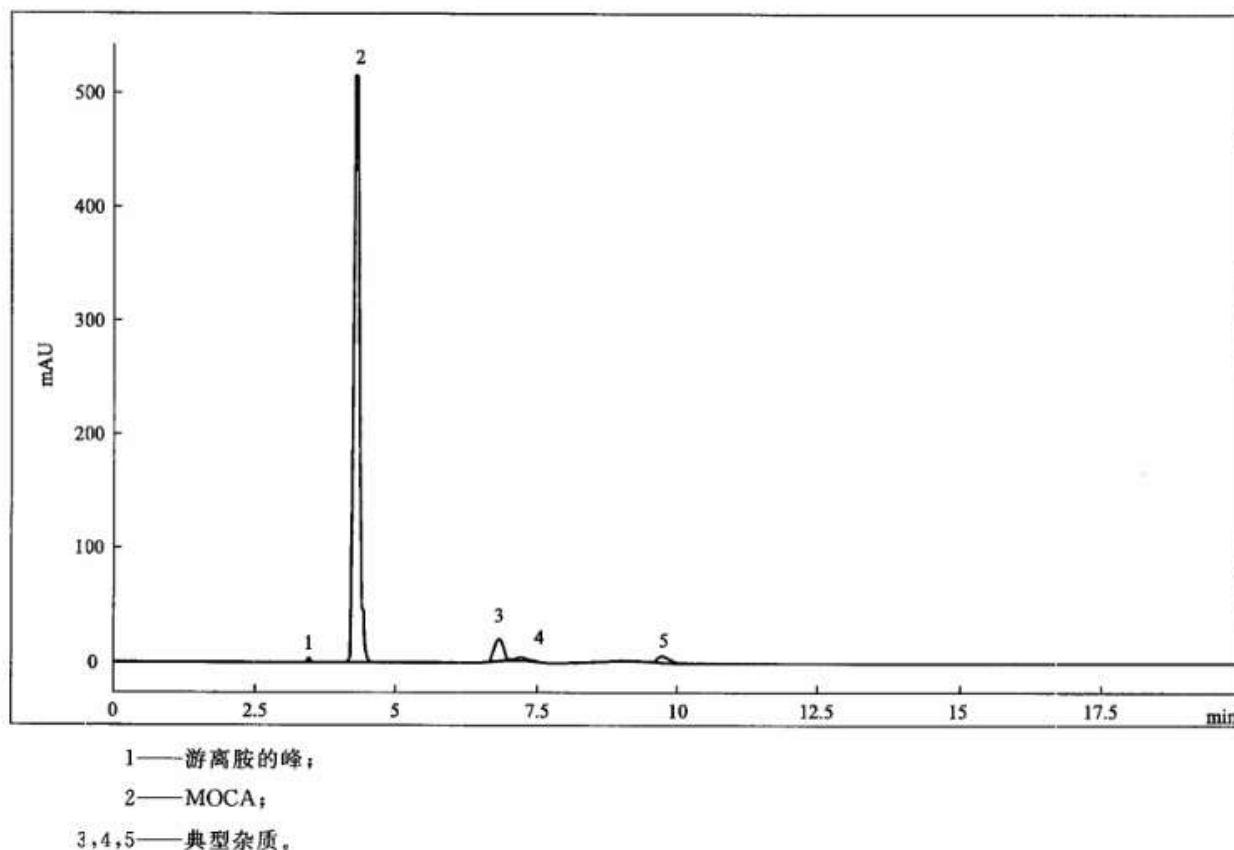


图 1

#### 4.8.7 结果计算

##### 4.8.7.1 游离胺含量的计算

以质量分数  $X_2$  表示游离胺含量,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A$ ——试料中游离胺的峰面积的数值;

$A_i$ ——试料中各组分的峰面积的数值。

##### 4.8.7.2 纯度的计算

以质量分数  $X_3$  表示纯度,数值以%表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{A_{\text{MOCA}}}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$A_{\text{MOCA}}$ ——试样中被测组分的峰面积的数值;

$\sum A_i$ ——色谱图中除溶剂峰以外的色谱峰峰面积的数值之和。

##### 4.8.7.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的差值不应大于 0.3 %。

#### 4.9 丙酮不溶物的测定

##### 4.9.1 试剂

###### 4.9.1.1 丙酮[67-64-1]。

##### 4.9.2 仪器

###### 4.9.2.1 电热干燥箱;

###### 4.9.2.2 抽滤装置;

###### 4.9.2.3 砂芯坩埚:G3;

###### 4.9.2.4 干燥器:内盛变色硅胶或无水氯化钙。

##### 4.9.3 分析步骤

在  $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱中将空砂芯坩埚烘至恒量。称取约 5 g 试样(精确到 1 mg),置于 250 mL 烧杯中,用 100 mL 丙酮分三次将样品中丙酮不溶物洗入砂芯坩埚中,同时用抽滤装置抽滤。在  $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱中将上述盛有丙酮不溶物的砂芯坩埚烘至恒量。

##### 4.9.4 结果计算

丙酮不溶物  $X_4$  以质量分数计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_2$ ——砂芯坩埚和不溶物质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——空砂芯坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

#### 5 检验规则

##### 5.1 检验分类

表 1 中规定的“固态密度”、“游离胺含量”为型式检验项目,其余项目为出厂检验项目。

##### 5.2 出厂检验

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、型号、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—2008 的规定采样。取样量不少于 200 g。将试样分装于两个清洁干燥的避光磨口瓶(塑料袋)中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期、采样人等,一瓶(袋)供检验,另一瓶(袋)保存备查。

### 5.5 复检

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应从同批产品两倍量的包装件中重新采样进行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求时,也判该批产品为不合格品。

## 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、商标、本标准编号、型号、批号、生产厂名称、净含量、厂址、生产日期,并按 GB/T 191—2008 的规定,标明“禁用手钩”、“怕雨”、“怕晒”标志。

### 6.2 包装

本产品应用复合纸袋或内衬塑料袋的纸桶包装。每件净含量 25 kg。也可以根据用户要求采用其他包装方式。

### 6.3 运输

本产品在运输过程中应防水、避光。在搬运时轻装轻卸,禁止猛烈撞击。

### 6.4 贮存

本产品应贮存于清洁、通风、干燥、避光的仓库内。

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 24 个月。

---



中华人民共和国  
化工行业标准  
**聚氨酯橡胶硫化剂 MOCA**

HG/T 3711—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 $\frac{3}{4}$  字数14千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1454

---

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:12.00元

版权所有 违者必究