

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号: 56309—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5083—2016

橡胶防老剂 2,4,6-三(*N*-1,4-二甲基戊基 对苯二氨基)-1,3,5-三嗪

Rubber antioxidant—
2,4,6-Tris(*N*-1,4-dimethylpentyl-*p*-phenylenediamino)-1,3,5-triazine

2016-10-22 发布

2017-04-01 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、范秀莉、李锋伟、李平华。

橡胶防老剂

2,4,6-三(*N*-1,4-二甲基戊基对苯二氨基)-1,3,5-三嗪

警示：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

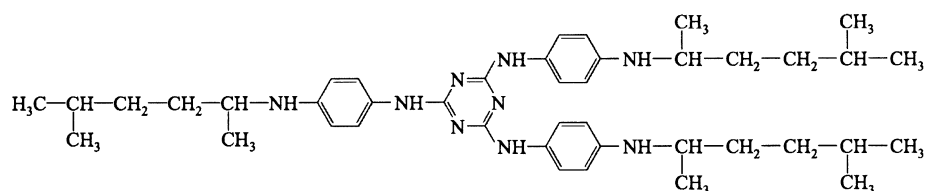
本标准规定了橡胶防老剂 2,4,6-三(*N*-1,4-二甲基戊基对苯二氨基)-1,3,5-三嗪的技术要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于由 *N*-(1,4-二甲基戊基) 对苯二胺与三氯三嗪在催化剂存在下合成制得的橡胶防老剂 2,4,6-三(*N*-1,4-二甲基戊基对苯二氨基)-1,3,5-三嗪。

化学名称：2,4,6-三(*N*-1,4-二甲基戊基对苯二氨基)-1,3,5-三嗪（简称橡胶防老剂 TMPTA）

分子式：C₄₂H₆₃N₉

结构式：



相对分子质量：693.92（按 2013 年国际相对原子质量）

CAS RN：121246-28-4

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，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 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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

GB 12268 危险货物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

3 技术要求

橡胶防老剂 TMPTA 的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

HG/T 5083—2016

表 1 橡胶防老剂 TMPTA 的技术要求和试验方法

项 目	指 标	试验方法
外观	深紫色至黑色颗粒	4.2
纯度(HPLC 法)/%	≥ 91.0	4.3
加热减量(68℃±2℃)/%	≤ 0.70	4.4
灰分(825℃±25℃)/%	≤ 0.70	4.5
初熔点/℃	63.0～73.0	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。
本标准中检验结果的判定按 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 纯度的测定

4.3.1 试剂

- 4.3.1.1 水：经 0.45 μm 滤膜过滤。
- 4.3.1.2 乙腈 [75-05-8]：色谱纯。
- 4.3.1.3 六亚甲基四胺 [100-97-0]。
- 4.3.1.4 甲醇 [67-56-1]：色谱纯。
- 4.3.1.5 磷酸 [7664-38-2]。
- 4.3.1.6 橡胶防老剂 TMPTA 标准品：纯度≥98.0 %（用橡胶防老剂 TMPTA 液相色谱分析的面积归一化结果）。

4.3.2 仪器设备

- 4.3.2.1 高效液相色谱仪：带有梯度洗脱装置。
- 4.3.2.2 色谱柱：固定相为 C₁₈，粒径为 5 μm，内径为 4.6 mm，长为 250 mm。或具有相等柱效的色谱柱。
- 4.3.2.3 检测器：多波长紫外分光检测器。或具有相等性能的分光检测器。
- 4.3.2.4 微量注射器：20 μL。
- 4.3.2.5 色谱工作站或数据处理机。
- 4.3.2.6 pH 计。
- 4.3.2.7 超声波振荡器。

4.3.3 溶剂制备

4.3.3.1 流动相 A——六亚甲基四胺溶液

称取 2.1 g±0.05 g 六亚甲基四胺，溶于 1 000 mL 水中，通过滴加磷酸的方法将溶液 pH 调整至

4.8±0.3，用 0.45 μm 的滤膜过滤。在用于液相色谱仪之前流动相用超声波振荡器脱气。

4.3.3.2 流动相 B——乙腈

在用于液相色谱仪之前流动相用超声波振荡器脱气。

4.3.4 操作条件

4.3.4.1 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

表 2 色谱操作条件

控制参数		操作条件
仪器状态	进样体积/μL	5
	检测器波长/nm	250
	流速/(mL/min)	1.0
	柱温/℃	35

4.3.4.2 梯度洗脱条件

梯度洗脱条件如表 3 所示。

表 3 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A(体积分数)/%	流动相 B(体积分数)/%
0	70	30
20.00	0	100
25.00	0	100
30.00	70	30
35.00	70	30

4.3.5 绘制外标法标准曲线

分别称取 0.05 g、0.06 g、0.07 g（精确至 0.000 1 g）已知纯度的橡胶防老剂 TMPTA 标准样品，放入 3 个校准过的 50 mL 容量瓶中，用甲醇使样品完全溶解并稀释到刻度。色谱稳定后，用进样器吸取 20 μL 样品溶液注入色谱仪。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相对应的峰面积做标准曲线，计算出相对响应因子 f 。

4.3.6 样品的测定

称取约 0.06 g（精确至 0.000 1 g）试样，放入 50 mL 容量瓶中，用甲醇使试样完全溶解并稀释到刻度。色谱稳定后，用进样器吸取 20 μL 试样溶液注入色谱仪。出峰结束后，用色谱工作站或数据处理机进行结果处理。

4.3.7 结果计算

橡胶防老剂 TMPTA 的纯度以质量分数 w 计，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

HG/T 5083—2016

$$w = \frac{fA_s}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

f——色谱工作站计算出的橡胶防老剂 TMPTA 的相对响应因子；

A_s——样品溶液中橡胶防老剂 TMPTA 的峰面积；

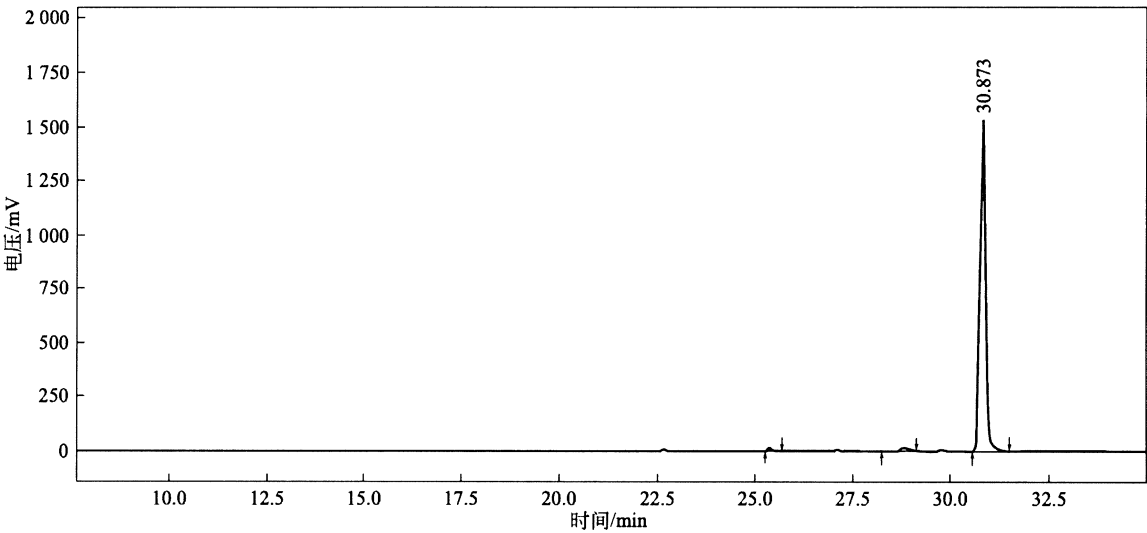
m——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 2 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.3.9 色谱图

橡胶防老剂 TMPTA 样品分析典型色谱图见图 1。



说明：

30.873 min 橡胶防老剂 TMPTA。

图 1 橡胶防老剂 TMPTA 样品分析典型色谱图

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控制在 68℃±2℃，试样量约 3 g（精确至 0.000 1 g），加热时间 3 h。

平行测定两个结果的绝对差值不大于 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。高温炉的温度控制在 825℃±25℃，试样量 1.5 g~2 g（精确至 0.000 1 g），灼烧时间 2 h。

平行测定两个结果的绝对差值不大于 0.04 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 初熔点的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.1 的规定进行测定。

平行测定两个结果的绝对差值不大于 0.4℃，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进行组批，即按产品贮罐组批或按生产周期组批。

5.3 采样

按 GB/T 6679—2003 的规定采样，采样量不应少于 500 g。混合均匀后，分别装入两个清洁、干燥的磨口瓶中，瓶口加封，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样人。一份由检验部门检验，另一份密封保存备查。

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、标准号、生产厂名称、地址、生产日期、批号、净含量等。应按 GB 190 的规定标明“危害环境物质和物品标记”，并附有“杂项危险物质和物品”标签，以及按 GB/T 191—2008 的规定标明“禁用手钩”“怕晒”“怕雨”等标志。

6.2 包装

本产品应用内衬塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装，每袋净含量 25 kg。也可以根据用户要求采用其他包装形式。同时产品的包装应符合 GB 12463 的规定。

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

本产品运输过程中应防潮、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 的有关规定。贮存在通风、干燥、阴凉的货棚或仓库内，避免曝晒。

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 24 个月。

HG/T 5083—2016

7 安全

根据 GB 12268 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，应避免产品释放到环境中。
