

ICS 71. 100. 40

G 71

备案号: 15062—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3739—2004

双-〔丙基三乙氧基硅烷〕-四硫化物与 N-330 炭黑的混合物硅烷偶联剂

The mixture of bis (triethoxysilpropyl) tetrasulfide
and carbon black N330 silane coupling agent

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本行业标准是在收集国内外有关双-[丙基乙氧基硅烷]-四硫化物与 N-330 炭黑的混合物硅烷偶联剂信息及生产企业标准的基础上制定的。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准起草单位：南京曙光化工集团有限公司。

本标准主要起草人：陶再山、李春华、万筱云。

双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与 N-330 炭黑的混合物硅烷偶联剂

1 范围

本标准规定了双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与炭黑的混合物硅烷偶联剂产品的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与炭黑复配制成的硅烷偶联剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 4497—1984 硫化橡胶全硫含量的测定 氧瓶燃烧法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11409.4 橡胶防老剂、硫化促进剂加热减量的测定

3 要求

双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与炭黑的混合物硅烷偶联剂应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与炭黑的混合物硅烷偶联剂的技术要求

项 目	指 标
外观	黑色粒状固体
总硫含量, %	11.0~13.0
加热减量, %	≤ 2.0
灰分, %	11.0~12.0
丁酮不溶物, %	49.0~55.0

4 试验方法

本标准试验方法中除特殊注明外，所用试剂均为分析纯的试剂，实验室用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

检验结果的判定应符合 GB/T 1250 中修约值比较法的规定。

4.1 外观

在自然光下目测。

4.2 总硫含量的测定

4.2.1 试样处理方法。

称取试样 0.02 g~0.03 g(精确到 0.000 1 g)，将其放入小胶囊中，小胶囊用透明的胶带(12 mm~

13 mm 宽)制成,然后用滤纸包裹好,制法见附录 A。

4.2.2 燃烧分解。

在燃烧瓶中加入过氧化氢溶液 10 mL,然后通入氧气约 30 s,点燃滤纸尾部,立即插入燃烧瓶中,按紧瓶塞,小心倾斜燃烧瓶。燃烧示意图见附录 A,此时样品与滤纸在铂催化下充分燃烧(温度可达 1 000℃以上),燃烧完毕后,充分振荡燃烧瓶,加水封,放置 30 min 至烟消失,然后打开瓶塞。用少量蒸馏水冲洗瓶塞及铂丝。加热溶液浓缩至 5 mL 左右。

4.2.3 其余按 GB/T 4497—1984 的规定进行测定。

4.3 加热减量的测定

按 GB/T 11409.4 的规定进行测定,其中控制温度:(105±2)℃。

4.4 灰分的测定

4.4.1 仪器

普通实验室仪器及:

4.4.1.1 坩埚:30 mL。

4.4.1.2 干燥器:内盛变色硅胶。

4.4.1.3 高温炉:温度控制(1 000±25)℃。

4.4.2 试剂

盐酸。

4.4.3 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确到 0.000 1 g)于已在(1 000±25)℃的高温炉中灼烧至质量恒定的坩埚中,用 4 mL 盐酸湿润坩埚中的试样,将装有试样的坩埚放在微火上加热除去过量的盐酸后呈凝胶状,放入高温炉中,缓慢加热,待温度达到(1 000±25)℃后,灼烧 4 h,直到试样变成白色灰分为止,取出坩埚,置于干燥器中冷却至室温(大约 1 h),称量,精确到 0.000 1 g。

4.4.4 结果计算

灰分的质量分数以 X_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_3 ——坩埚和试样灼烧后的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.5 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.2%,取其算术平均值为测定结果。计算结果保留到小数点后一位。

4.5 丁酮不溶物的测定

4.5.1 仪器

离心机:3 000 r/min。

4.5.2 试剂

丁酮。

4.5.3 分析步骤

称取约 2.5 g 试样(精确到 0.000 1 g)置于预先在(105±2)℃烘干至质量恒定(精确至 0.000 1 g)的离心试管中,加入 50 mL 的丁酮试剂,浸泡 30 min 后,用手进行回旋摇动(100 r/min~120 r/min)3 min,静置 5 min。再摇 3 min。使两者充分混合,在离心机上离心旋转 15 min,轻轻倒出清液,再加 20 mL 丁酮,用手进行回旋摇动(100 r/min~120 r/min)3 min,离心,倒出清液,再如此重复操作一遍,

将离心试管和残渣一起放在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘 2 h, 冷却至室温 (大约 0.5 h), 称量, 精确到 0.000 1 g。

4.5.4 结果计算

丁酮不溶物的质量分数以 X_2 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_5 - m_4}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_5 ——试管与残渣的质量的数值, 单位为克(g);

m_4 ——试管的质量的数值, 单位为克(g);

m_0 ——试样的质量的数值, 单位为克(g)。

4.5.5 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.2%, 取其算术平均值为测定结果。计算结果保留到小数点后一位。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中全部项目为出厂检验项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量监督检测部门按本标准检验合格后并附有一定格式的质量证明书方可出厂。质量证明书的内容包括: 生产厂名、商标、产品名称、标准号、批号、检验员代号。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 取样

按 GB/T 6679 中规定取样, 取样量不少于 500 g, 取得样品装入两个洁净干燥的样品瓶中, 贴标签, 标签上注明: 产品名称、取样日期、批号、取样人代号, 一瓶样品检验, 一瓶保留以备待查。

5.5 复验

检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时, 应从同批产品中取两倍量的样品进行复验。复验结果中即使只有一项不符合本标准要求, 则判该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

外包装容器上应有清晰牢固的标志, 内容包括: 生产厂名、产品名称、厂址、商标、批号、净含量、标准号、贮存期。

6.2 包装

本产品的包装方式如下:

6.2.1 塑料桶包装: 每桶净含量 40 kg。

6.2.2 若需其他包装方式, 则按照合同执行。

6.3 运输

本产品可用一般运输工具运输, 在运输过程中应严防倒置、碰撞、雨淋。

6.4 贮存

6.4.1 该产品应存放在通风干燥的仓库中, 避免阳光直射。

6.4.2 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一年。

附录 A

(规范性附录)

样品称样用小胶囊制法、滤纸制作方法、燃烧分解示意图

A.1 样品称样用小胶囊制法

样品称样用小胶囊制法见图 A.1。



图 A.1 样品称样用小胶囊制法

A.2 滤纸制作方法

滤纸制作方法见图 A.2。

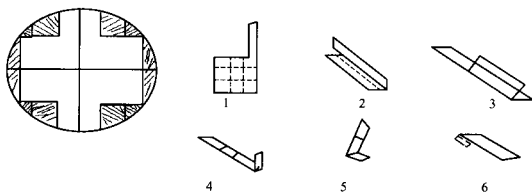
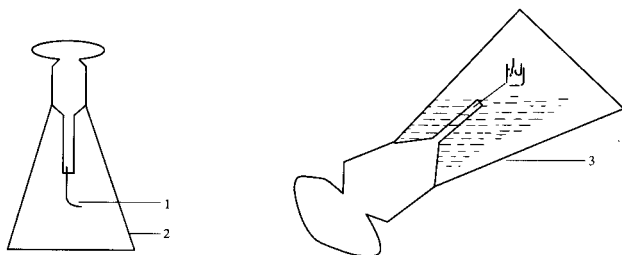


图 A.2 滤纸制作方法

A.3 燃烧分解示意图

燃烧分解示意图见图 A.3。



- 1——铂金丝 $\phi 0.5\text{ mm}$;
2——燃烧瓶;
3——分解时示意图。

图 A.3 燃烧分解示意图

称样方法:首先称取小胶囊和预先制作好的滤纸(小旗子)的质量,再将试样直接放入小胶囊包裹好称量,然后用预先制作好的滤纸(小旗子)包裹小胶囊,具体操作顺序按图 A.2 进行,再称量包裹好的小胶囊,计算试样的质量。