

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号:23786—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2097—2008
代替 HG/T 2097—1991

发泡剂 ADC

Azodicarbonamide

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会发布

HG/T 2097—2008

前　　言

本标准代替 HG/T 2097—1991《偶氮二甲酰胺(发泡剂 ADC)》。

本标准与 HG/T 2097—1991 的主要技术差异为：

- 提高了发气量优等品指标；
- 提高了筛余物指标；
- 增加了 pH 值项目和试验方法；
- 纯度指标改为抽检指标；
- 平均粒径改为用户协商指标，由原来的微粒度测定仪测定改为用激光粒度仪测定；
- 分解温度优等品指标修改为大于等于 200 ℃，测定方法增加熔点仪测定方法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

本标准主要起草单位：宜宾天原集团股份有限公司。

本标准参加起草单位：江苏索普(集团)有限公司。

本标准主要起草人：李强、李萍、陈洪、孙永贵、郑常君。

本标准于 1991 年首次发布，本次为第一次修订。

发泡剂 ADC

警告: 使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。建立适当的安全和防护措施并确定有适应性的管理制度是使用者的责任。

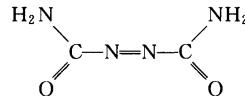
1 范围

本标准规定了发泡剂 ADC 的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以尿素、水合肼为原料经缩合、氧化而制得的发泡剂 ADC。

分子式: $C_2H_4O_2N_4$

结构式:



相对分子质量: 116.08(按 2005 年国际相对原子质量)

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 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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 6682—1992, neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 11409.4 橡胶防老剂、硫化促进剂加热减量的测定方法

GB/T 11409.5—1989 橡胶防老剂、硫化促进剂筛余物的测定方法

GB/T 11409.7 橡胶防老剂、硫化促进剂灰分的测定方法

JT 617 汽车运输危险货物规则

3 要求

发泡剂 ADC 应符合表 1 所示的要求。

HG/T 2097—2008**表 1 发泡剂 ADC 的技术要求**

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	淡黄色粉末	淡黄色粉末	淡黄色粉末
发气量($20^{\circ}\text{C}, 101\ 325\ \text{Pa}$)/(mL/g) \geq	220	210	200
细度 筛余物(筛孔 38 μm)/% \leq	0.05	0.10	0.20
	平均粒径(以 D ₅₀ 表示)/μm 用户协商指标		
分解温度/℃ \geq	200		
加热减量/% \leq	0.15	0.25	0.30
灰分/% \leq	0.10	0.10	0.20
pH 值	6.5~7.5	6.5~7.5	6.5~7.5
纯度/% \geq	97.0		

注: 平均粒径为用户协商指标; 纯度指标为抽检指标。

4 试验方法

除非另有说明, 分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品, 均按 GB/T 601、GB/T 603 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 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 1250 中修约值比较法的有关规定。

4.1 外观的测定

在自然光下目测颜色、形状。

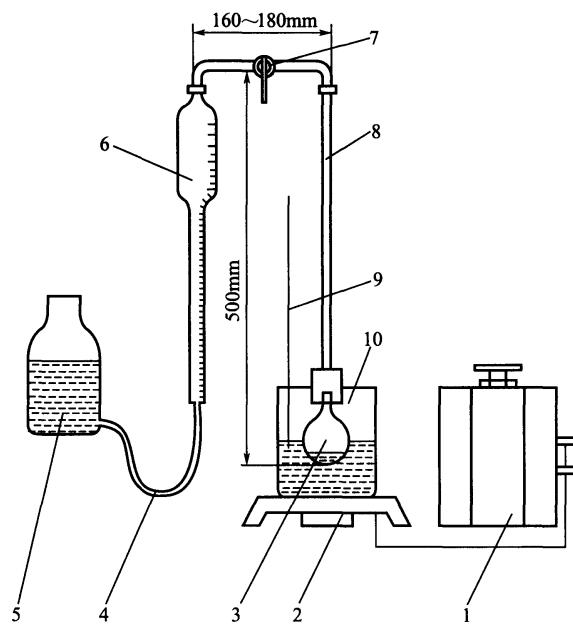
4.2 发气量的测定

4.2.1 方法提要

试样在一定温度下加热分解产生气体, 以排水集气法测出发气量。

4.2.2 仪器设备

4.2.2.1 发气量测定装置(见图 1)。



1——调压器(1 kVA); 6——直形量气管(100 mL);
 2——电炉(300 W); 7——玻璃三通活塞($\phi 2$ mm);
 3——密度瓶(25 mL); 8——玻璃管($\phi 3$ mm~4 mm);
 4——乳胶管; 9——温度计(0 ℃~250 ℃);
 5——水准瓶(250 mL); 10——烧杯(400 mL)。

图 1 发气量测定装置图

4.2.2.2 水银温度计: 0 ℃~250 ℃, 分度值为 1 ℃。

4.2.2.3 量气管: 刻度值为 0.2 mL。

4.2.2.4 气压表。

4.2.3 试剂

4.2.3.1 邻苯二甲酸二辛酯[117-84-0]。

4.2.3.2 丙三醇[56-81-5]传热液。

4.2.4 操作步骤

称取试样约 0.3 g(精确至 0.0001 g), 置于 25 mL 密度瓶中, 加入 2 mL 邻苯二甲酸二辛酯, 按图 1 装好仪器, 将三通活塞通大气。提高水准瓶调整量气管零点(在室温下), 关三通活塞, 检查零点不变, 确无漏气时, 方能进行加热。在 400 mL 烧杯内加入 150 mL~200 mL 的丙三醇传热液, 将密度瓶浸入传热液中, 其深度是由密度瓶底部至传热液面 15 mm~20 mm 为宜。待传热液升温至 180 ℃时, 调整热源, 再以 4 ℃/min~5 ℃/min 升温速度加热至(220±2) ℃, 保持 2 min, 使样品分解完全。停止加热, 移去传热液, 冷却至室温(约需 30 min)。提高水准瓶使液面和量气管液面保持同一水平, 进行读数, 等 5 min 后再次读数。两次读数相差不超过 0.2 mL 时, 以最后一次读数值为准, 读数值为 V_1 。

4.2.5 结果计算

发气量以 ADC 的质量体积计, 数值以毫升每克(mL/g)表示, 按式(1)计算:

$$V_0 = \frac{V_1 (273 + 20) (p_1 - p_2)}{m (273 + t) (101325 - p_0)} = \frac{V_1 k}{m} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

V_0 ——在 20 ℃、101325 Pa 条件下的试样发气量, 单位为毫升每克(mL/g);

V_1 ——实测试样的发气量, 单位为毫升(mL);

t ——测定时的室温, 单位为摄氏度(℃);

HG/T 2097—2008

p_1 ——测定时的大气压,单位为帕(Pa);
 p_2 ——在测定温度为 t 时水的饱和蒸汽压,单位为帕(Pa);
 p_0 ——20 ℃水的饱和蒸汽压,单位为帕(Pa);
101 325——标准大气压,单位为帕(Pa);
 k ——测定时室温和大气压的换算系数(见附录 A);
 m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

4.2.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后一位。两次平行测定结果的差值不应大于 5.0 mL/g。

4.3 细度的测定**4.3.1 筛余物的测定**

按 GB/T 11409.5—1989 中干筛法规定进行测定。筛框直径为 200 mm,筛孔尺寸为 38 μm。

4.3.2 平均粒径的测定**4.3.2.1 方法提要**

颗粒在激光束的照射下,其散射光的角度与颗粒的直径成反比关系,而散射光强度随角度的增加呈对数规律衰减。

4.3.2.2 仪器设备

激光粒度仪:要求仪器重复性≤3%(以 D50 计算)。

4.3.2.3 试剂和溶液

根据仪器规定选择试剂。

4.3.2.4 试样溶液的制备

根据仪器规定进行样品制备。

4.3.2.5 操作步骤

按仪器说明书规定的程序开启仪器,预热待仪器稳定,然后将一定浓度的分散介质加入样品池中,再加入适当的样品,搅拌并使样品在分散液中充分分散,按仪器操作步骤进行测量,连续测量两次。

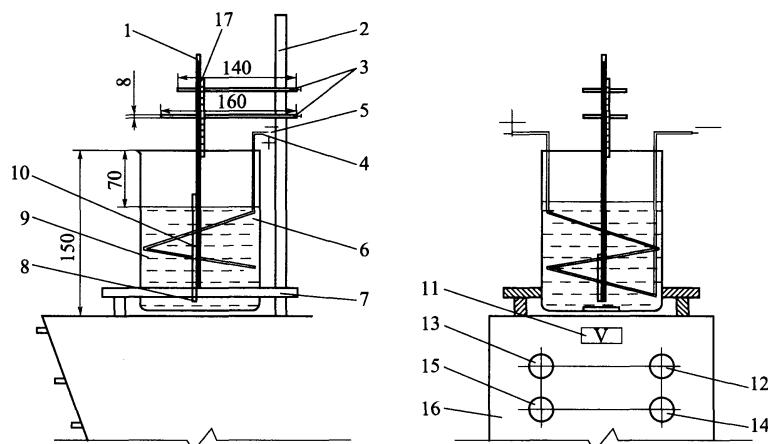
4.3.2.6 结果计算

计算结果以中值粒径(D50)表示,也可根据不同客户的要求,用平均粒径 D_{av} 表示。取二次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不应大于 0.5。

4.4 分解温度的测定**4.4.1 毛细管测定法****4.4.1.1 方法提要**

毛细管内的样品在油浴内受热分解,测定其分解温度,该方法为仲裁方法。也可以用熔点仪测定试样的分解温度。

4.4.1.2 仪器设备**4.4.1.2.1 分解温度测定装置(见图 2)**



- 1—测量温度计； 10—毛细管；
 2—金属支架； 11—电压表；
 3—固定架； 12—搅拌开关；
 4—Φ2 mm 玻璃套管； 13—加热器开关；
 5—300 W 电热丝； 14—电源开关；
 6—600 mL 高型烧杯； 15—调节器；
 7—固定支架； 16—壳体；
 8—Φ8 mm 磁棒； 17—辅助温度计。
 9—甲基硅油；

图 2 分解温度测定装置

4.4.1.2.2 调压器: 0.5 kVA。

4.4.1.2.3 高型烧杯: 400 mL~600 mL。

4.4.1.2.4 毛细管: 用中性硬玻璃制成的毛细管, 内径为 0.9 mm~1.1 mm, 管壁厚度为 0.10 mm~0.15 mm, 长度为 100 mm。

4.4.1.2.5 测量温度计: 分度值为 0.2 °C, 局浸式或全浸式。

4.4.1.2.6 辅助温度计: 100 °C, 分度值为 1 °C。

4.4.1.3 试剂

传热液: 甲基硅油。

4.4.1.4 安装

将 300 W 电热丝套入内径为 4 mm~5 mm 的优质玻璃管中弯成如图 2 的形状, 移入烧杯中, 电热丝露出液面的两端可套上孔径适宜的玻璃管和白瓷接头相连接。向烧杯中注入约四分之三高度的传热液。将上述装置放在电磁搅拌器上, 把温度计置于烧杯中, 温度计水银球的下端距杯底应保持 30 mm。

4.4.1.5 操作步骤

将少量试样装入清洁干燥的、一端封熔的毛细管中, 取一根高约 800 mm 的干燥玻璃管直立于瓷板或玻璃板上, 将装有试样的毛细管在其上投掷数次, 使毛细管内试样紧缩至 6 mm~10 mm 高。开启磁力搅拌器、调压器, 加热升温至(190±2) °C, 把装有试样的毛细管附着于温度计上, 使试样中部与温度计水银球中部在同一高度, 调整热源, 使升温速度保持在(3~4) °C/min, 仔细观察试样的变化, 试样液化崩裂或分解变白的瞬间的温度即为试样的分解温度。结果读至小数点后一位。

4.4.1.6 结果计算

若使用全浸式温度计, 则测得分解温度按式(2)计算:

$$T = t + 0.00016h(t - t_0) \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

HG/T 2097—2008

式中：

t ——测量温度计指示的温度,单位为摄氏度(℃);

t_0 ——辅助温度计指示的温度,单位为摄氏度(℃);

0.000 16——水银体积表观膨胀系数;

h ——露出液面的水银高度(以温度表示)。

4.4.2 熔点仪测定法

4.4.2.1 方法提要

程序化升温,用观察法测定样品的分解温度。

4.4.2.2 仪器

4.4.2.2.1 熔点仪

温度范围:室温~400 ℃,带有观测镜。

要求测量精度:100 ℃时±0.3 ℃,250 ℃时±0.5 ℃,400 ℃时±0.8 ℃。

4.4.2.2.2 毛细管

符合4.4.1.2.4之规定。

4.4.2.3 操作步骤

把熔点仪开机预热,仪器不同预热要求会有差异。设定起始温度为190 ℃,最高温度为215 ℃,每分钟升温3 ℃。按4.4.1.5之规定把样品装入毛细管内,待熔点仪温度达到起始温度时将毛细管放入样品池中,仔细观察试样的变化,试样液化崩裂或分解变白的瞬间的温度即为其分解温度。

4.5 加热减量的测定

按GB/T 11409.4之规定进行测定。称量瓶在(105±2) ℃干燥箱中干燥1.5 h,冷却至室温称量。称取试样约2 g(精确至0.000 1 g),在(105±2) ℃干燥箱中干燥2 h。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后三位。两次平行测定结果之差的绝对值不应大于0.005 %。

4.6 灰分的测定

按GB/T 11409.7之规定进行测定。称取试样约5 g(精确至0.000 1 g),在(800±20) ℃高温炉中灼烧2 h。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后三位。两次平行测定结果之差的绝对值不应大于0.005 %。

4.7 纯度的测定

4.7.1 方法提要

用定量水合肼和发泡剂ADC反应生成联二脲,余量的肼用碘标准滴定溶液来滴定,从而计算出发泡剂ADC的含量。

4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 碳酸氢钠[144-55-8]。

4.7.2.2 水合联氨(水合肼):1+99溶液。

4.7.2.3 碘标准滴定溶液: $c(1/2I_2)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.7.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

4.7.3 操作步骤

称取试样约0.15 g(精确至0.000 1 g),置于100 mL碘量瓶中,加入10 mL水,然后用移液管吸取5.0 mL水合联氨溶液加入其中,在(60±2) ℃水浴中加热20 min,待试样完全呈白色后,冷却至15 ℃~20 ℃。将1 g碳酸氢钠加入其中,用碘标准滴定溶液滴定,近终点时加1 mL淀粉指示液,继续滴定至呈紫红色30 s不褪色为终点。同时进行空白试验。

4.7.4 结果计算

纯度以ADC的质量分数X计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V)cM}{m \times 2} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样消耗碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——碘标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量数值,单位为克(g);

M ——ADC 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{ADC})=116.08$]。

4.7.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果之差值不应大于 0.50 %。

4.8 pH 值的测定

4.8.1 仪器及材料

4.8.1.1 pH 计:使用精度值为 0.01pH 的带有温度校正功能的 pH 计。

4.8.1.2 滤纸:定性滤纸。

4.8.2 操作步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.1 g)置于装有 100 mL 蒸馏水的烧杯中,用玻璃棒搅匀后用定型滤纸过滤,用酸度计测其滤液的 pH 值,以 pH_1 表示。同时测蒸馏水的 pH 值,以 pH_2 表示。

4.8.3 结果计算

$$\text{pH} = \text{pH}_1 + (7.00 - \text{pH}_2) \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中:

pH——试样的 pH 值;

pH_1 ——试样在蒸馏水中的 pH 值;

pH_2 ——蒸馏水的 pH 值。

4.8.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果保留至小数点后两位。两次平行测定结果之差值不应大于 0.10 %。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中规定的纯度为抽检项目,其余为出厂检验项目。在连续正常生产时,抽检项目应保证达到本标准规定的指标值,原则上每月检测一次,当抽检不达标时应每批都进行检验,直到连续五批检验结果都符合标准规定后,方可正常抽检。抽检项目不符合本标准要求时,产品不能出厂。

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、本标准号、生产厂名称等。

5.3 组批规则

以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

按 GB/T 6679 规定采样。取样量不得少于 500 g,分装于两个清洁干燥的密封容器中,贴标签并注明:产品名称、采样日期、批号、采样人。一瓶用于检验,另一瓶保存以备复查。

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,应从同批产品中重新自两倍量的包装件中采

HG/T 2097—2008

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,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

本产品为易燃品,每个包装容器上应有清晰的符合 GB 190 中规定的易燃品标志。

每个包装容器上还应有清晰牢固的如下内容的标志:产品名称、生产厂名称、本标准号、生产日期、批号、净含量、质量等级、商标、详细地址及联系电话。

6.2 包装

本产品分袋装和桶装两种。袋装为塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋包装,每袋净含量 25 kg。桶装为铁桶内衬聚乙烯薄膜袋,每桶净含量 40 kg。如需特殊包装,供需双方另行协商。

6.3 运输

本产品为易燃品,运输按 JT 617 规定进行。轻装、轻卸,不可靠近任何热源,防止猛烈撞击,有防雨雪和曝晒措施。生产厂应按规定提供必要的安全技术说明书。

6.4 贮存

本产品应贮存于通风、干燥的仓库内,不可露天堆放,防止受潮。

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。本产品超过贮存期后,按本标准规定检验合格后仍可使用。

中华人民共和国

化工行业标准

发泡剂 ADC

HG/T 2097—2008

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）

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 3/4 字数 23 千字

2008 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 0637

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。