

ICS 71.100.40

G 71

备案号:22271—2008

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2334—2007

代替 HG/T 2334—1992

---

### 硫化促进剂 TMTD

Vulcanizing accelerator TMTD

2007-09-22 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

HG/T 2334—2007

## 前 言

本标准代替 HG/T 2334—1992《硫化促进剂 TMTD》。

本标准与 HG/T 2334—1992 的主要差异为：

- 加热减量的试验条件改为 $(80\pm 2)$ ℃，指标值均为 0.30 % (1992 版的 4.2, 本版的 4.3)；
- 灰分的试验条件改为 $(750\pm 25)$ ℃，指标值均为 0.30 % (1992 版的 4.3, 本版的 4.4)；
- 增加纯度的技术指标，作为用户要求检测的项目。采用高效液相色谱法 (本版的 4.5)。

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。

本标准负责起草单位：(河北)沈阳东北助剂化工有限公司、山东省单县化工有限公司、河南鹤壁市圆峰助剂有限责任公司、浙江省黄岩浙东橡胶化工有限公司、镇江振邦化工有限公司。

本标准参加起草单位：山西华产研化工产业技术中心。

本标准主要起草人：安方、宋魁景。

本标准 1992 年首次发布，本次修订为第一次修订。

——HG/T 2334—1992。

## 硫化促进剂 TMTD

### 1 范围

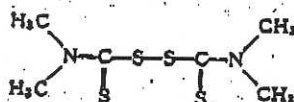
本标准规定了硫化促进剂 TMTD(二硫化四甲基秋兰姆)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于二甲胺、二硫化碳、氢氧化钠或氨水经氧化或电解制得的硫化促进剂 TMTD。

化学名称:二硫化四甲基秋兰姆(Tetramethyl thiuram disulfide)

分子式: $C_4H_{12}N_2S_4$

结构式:



相对分子质量:240.43(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/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000,eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6003.1 金属丝编织试验筛

GB/T 5679 固体化工产品采样通则

GB/T 11409.1 橡胶防老剂、硫化促进剂熔点测定方法

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 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

### 3 要求

硫化促进剂 TMTD 应符合表 1 的技术要求。

表 1 硫化促进剂 TMTD 的技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
1. 外观	白色、淡灰色粉末或粒状	
2. 初熔点/℃	142.0	140.0
3. 灰分/%	0.30	0.30
4. 加热减量/%	0.30	0.30
5. 筛余物 <sup>a</sup> (150 μm)/%	0.0	0.30
6. 纯度 <sup>b</sup> /%	96.0	0.1
<sup>a</sup> 筛余物不适用于粒状产品。		
<sup>b</sup> 纯度为根据用户要求检测项目。		

## 4 试验方法

检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

## 4.1 外观

称取试样约 3 g(精确至 0.1 g),放在约 30 cm×30 cm 的白色滤纸上,然后轻轻推成约 20 cm×20 cm 的面积,在自然光下目测颜色。

## 4.2 初熔点的测定

按 GB/T 11409.1 的规定进行测定。装试样的毛细管内径 1.2 mm~1.4 mm,玻璃厚度为 0.2 mm~0.3 mm,填装试样 3 mm~6 mm。传热液温度比预测熔点低 25 ℃时,按 3 ℃/min 升温,升至比预测熔点低 10 ℃时,将装试样的毛细管附于温度计上,使试样中心与温度计水银球的中部在同一高度,插入传热液中,并以  $(1\pm0.2)$  ℃/min 升温。

## 4.2.1 初熔点的确定

本标准规定毛细管内壁和试样接触部位出现透明液滴时的温度为初熔点。

## 4.2.2 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.5 ℃,取其算术平均值为测定结果。

## 4.3 加热减量的测定

按 GB/T 11409.4 的规定进行测定,称取试样约 3 g(精确至 0.1 mg),电热恒温干燥箱的温度控制在  $(80\pm2)$  ℃,加热时间为 2 h。

## 4.4 灰分的测定

按 GB/T 11409.7 的规定进行测定,称取试样约 3 g(精确至 0.1 mg),高温炉温度控制在  $(750\pm25)$  ℃,灼烧时间为 2 h。

## 4.5 筛余物的测定

按 GB/T 11409.5 的干法规定进行测定,试验筛(GB/T 6003), $\phi 200$  mm×50 mm/150  $\mu$ m。

## 4.6 纯度的测定

高效液相色谱法——鉴别试验与 TMTD 含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某色谱峰的保留时间与标样溶液中 TMTD 色谱峰的保留时间,其相对差值分别应在 1.5 % 以内。

## 4.6.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 Nova-Pak C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm),对试样中的 TMTD 进行反相高效液相色谱分离和测定。

## 4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 水:经 0.45  $\mu$ m 孔径过滤膜过滤的水。

4.6.2.2 甲醇[67-51-1],色谱纯。

4.6.2.3 TMTD 标样,已知 TMTD 质量分数 $\geq 99.0$  %。

## 4.6.3 仪器

4.6.3.1 高效液相色谱仪,具有可变波长紫外检测器。

4.6.3.2 记录仪,色谱数据处理机。

4.6.3.3 色谱柱,150 mm×3.9 mm(id)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C<sub>18</sub>, 5  $\mu$ m 填充物(或具等同效果的填充柱)。

4.6.3.4 过滤器,滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m。

4.6.3.5 定量进样管,5  $\mu$ L。

4.6.3.6 超声波清洗器。

## 4.6.4 色谱条件

高效液相色谱操作条件如表 2 所示。

表2 高效液相色谱操作条件

色谱柱	C <sub>18</sub> 5 μm
柱规格	150 mm×3.9 mm
柱温	室温(温度变化应不大于 2℃)
检测波长	254 nm
进样量	5 μL
流速	1.0 mL/min
流动相	甲醇:水=45:55

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。平行测定两次。典型的 TMTD 高效液相色谱图见图 1。保留时间: TMTD 约 4.9 min。

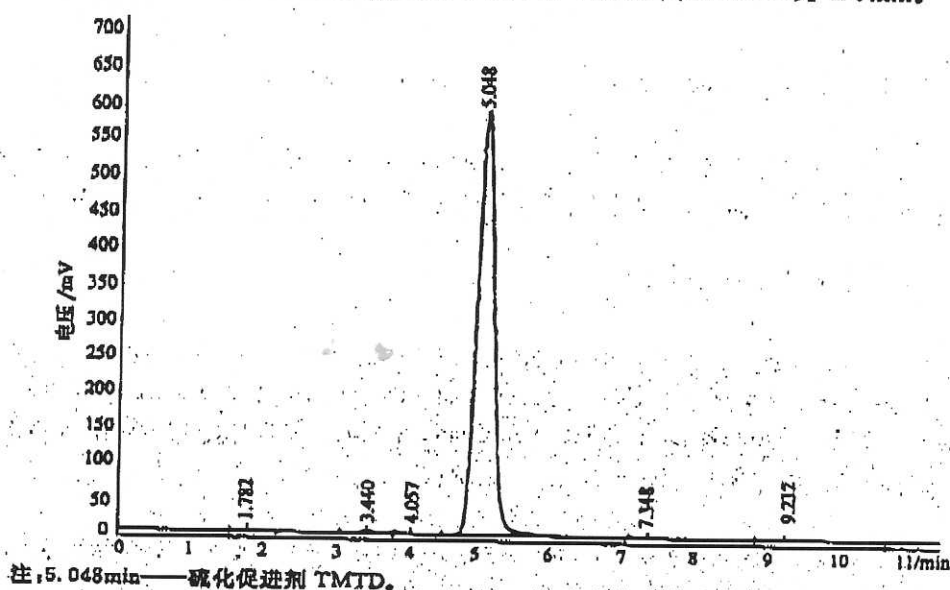


图1 硫化促进剂 TMTD 的高效液相色谱图

#### 4.6.5 测定步骤

##### 4.6.5.1 标样溶液的制备

称取 TMTD 标样 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,在超声波浴槽中振荡 3 min,使其溶解,恢复至室温后,用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中,再用甲醇稀释至刻度,摇匀。

##### 4.6.5.2 试样溶液的制备

称取含 TMTD 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,在超声波浴槽中振荡 3 min,使其溶解,恢复至室温后,用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中,再用甲醇稀释至刻度,摇匀。

##### 4.6.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针 TMTD 峰面积相对变化小于 1.2% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

##### 4.6.6 结果计算

纯度以质量分数  $x_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{A_2 m_1 \rho}{A_1 m_2} \quad (1)$$

式中:

- $A_1$ ——标样溶液中, TMTD 峰面积的平均值;  
 $A_2$ ——试样溶液中, TMTD 峰面积的平均值;  
 $m_1$ ——标样的质量的数值, 单位为克(g);  
 $m_2$ ——试样的质量的数值, 单位为克(g);  
 $p$ ——标样中 TMTD 的质量分数的数值, 单位为百分数(%)。

#### 4.6.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的整值不大于 1.2 %。

### 5 检验规则

#### 5.1 检验分类

表 1 中规定的 1~5 项为出厂检验项目, 第 6 项为根据用户要求检验项目。

#### 5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量监督检查部门按本标准检验合格后方可出厂, 并附有一定格式的质量证明书, 其内容包括: 产品名称、标准编号、生产厂名、厂址、注册商标、批号、等级、生产日期等。

#### 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

按 GB/T 6679 进行采样。采样时用不锈钢取样器取出包装件内上、中、下部的样品, 将选取的试样仔细混合均匀, 用四分法取出不少于 600 g 的样品, 分装于两个清洁、干燥的磨口瓶(塑料袋)中, 密封并贴上标签, 注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期及采样人姓名, 一瓶(袋)由检验部门进行检验, 另一瓶(袋)密封保存三个月备查。

#### 5.5 复检

检验结果有一项指标不符合本标准的要求时, 应重新自两倍量的包装件中采样进行复检。复检结果仍有一项指标不符合本标准的要求, 则该批产品为不合格。

### 6 标志、包装、运输和贮存

#### 6.1 标志

6.1.1 每个外包装上应有清晰、牢固的标志, 其内容包括: 产品名称、标准号、生产厂名称、地址、联系电话、注册商标、净含量、生产日期、批号等。并按 GB/T 191 规定, 标明“禁用手钩”、“怕雨”标志。

6.1.2 每个包装好的产品应附有产品出厂合格证, 其内容包括: 产品名称、标准号、批号、净含量等。

#### 6.2 包装

6.2.1 产品用编织袋内衬塑料袋或纤维桶、木桶内衬塑料袋包装, 每包装产品净含量 20 kg 或 25 kg。

6.2.2 若需要其他包装方式, 则按照合同执行。

#### 6.3 运输

产品搬运装卸时轻拿轻放, 不得乱扔, 以防损坏包装, 避免日晒、雨淋。

#### 6.4 贮存

6.4.1 产品应贮存在干燥的库房内, 离墙壁的距离应大于 0.5 m。不应放置于上下水或暖气设备近旁, 以防潮湿或变质, 贮存温度不得超过 40 ℃。

6.4.2 在规定的运输、贮存条件下, 自生产之日起贮存期为 24 个月。超过贮存期后, 重新采样, 检验合格后可正常使用。