

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号: 13205—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3711—2003

硫化剂 MOCA Curing agent MOCA

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是在收集国内外有关硫化剂 MOCA 企业标准的基础上制定的。质量指标达到国外同类产品质量水平。试验方法和国际通用方法相一致。

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：苏州市湘园特种精细化工有限公司，山西省化工研究院。

本标准主要起草人：周建、范秀莉。

引 言

MOCA 是聚氨酯弹性体重要的硫化剂之一。

由于我国硫化剂 MOCA 企业标准参差不齐,急需制定统一的标准予以规范,特制定本标准。

硫化剂 MOCA

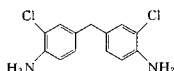
1 范围

本标准规定了硫化剂 MOCA(3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷)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、甲醛缩合制成的硫化剂 MOCA。

分子式: $C_{13}H_{12}N_2Cl_2$

结构式:



相对分子质量: 267.16(按 1999 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 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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 实验室用水规格及试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 11409.1 橡胶防老剂、硫化促进剂熔点测定方法

3 要求

硫化剂 MOCA 应符合表 1 要求。

表 1 硫化剂 MOCA 的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	白色针状结晶	淡黄色颗粒或粉末	黄色粉末
初熔点,℃	≥ 102	97	95
色泽	≤ 3	4	
水分,%	≤	0.3	
固态密度 ^a (24℃),g/cm ³		1.44	
胺值,mmol/g		7.4~7.6	
游离胺含量*,%	≤	1.0	
丙酮不溶物,%	≤	0.04	

^a 为型式检验项目。

4 试验方法

本标准中所用标准溶液、试剂及制品,除特殊注明外,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,所用试剂和实验室用水,除特殊注明外,均指分析纯试剂及符合 GB/T 6682 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、GB/T 8170 的有关规定。

4.1 外观的测定

目测。

4.2 初熔点的测定

按 GB/T 11409.1 的有关规定进行测定。

4.3 色泽的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 盐酸[7647—01—0]溶液:1+17。

4.3.1.2 聚丙二醇(PPG):相对分子质量 3 000。

4.3.2 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	8.42	13.16	19.20	26.76	40.50

4.3.3 样品溶液的配制及测定

以质量比 3:7 将硫化剂 MOCA 溶解于聚丙二醇(PPG)中,加热使其溶解,待冷却后移入 50 mL 比色管中,与色标目测比较,取最接近的色号为色泽测定结果,若介于相邻两色号之间,可用色号后加“+”或“-”表示。

4.4 水分的测定

按 GB/T 6283 的有关规定进行测定。

4.5 固态密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.2 的有关规定进行测定。

4.6 胺值的测定

4.6.1 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。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 溴化钾[7758—02—3]溶液:100 g/L。

4.6.2.2 盐酸[7647—01—0]溶液:2 mol/L。

4.6.2.3 亚硝酸钠[7632—00—0]标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

4.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试料(精确到 1 mg)于烧杯中,加入盐酸溶液 50 mL,溴化钾溶液 10 mL。在不停的搅拌下,于 5℃~10℃ 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,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。

4.6.4 结果计算

胺值 X , 数值以毫摩尔每克(mmol/g)表示, 按(1)式计算:

$$X = \frac{cV}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定中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 ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

4.7 游离胺的测定

4.7.1 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。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 无水甲醇[67—56—1]。

4.7.2.2 水: 二次蒸馏水。

4.7.3 仪器

4.7.3.1 高效液相色谱仪: 单泵, 紫外检测器, 色谱工作台。

4.7.3.2 超声波清洗器。

4.7.4 色谱操作条件

4.7.4.1 色谱柱: 1.6 mm×150 mm 的 C18 键合相色谱柱。

4.7.4.2 流动相: 甲醇: 水 = 80: 20。

4.7.4.3 检测器: 波长 254 nm 紫外检测器。

4.7.4.4 流速: 1.0 mL/min。

4.7.4.5 进样量: 15 μ L。

4.7.4.6 分析时间: 25 min。

4.7.5 分析步骤

4.7.5.1 设定操作条件

按 4.7.4 对色谱正确设定操作条件, 色谱在达到设定的操作条件并稳定, 即可开始进样测定。

4.7.5.2 试料溶液的制备

称取试料 0.01 g(精确到 1 mg), 溶于 100 mL 流动相中, 溶解过程中可适当加热或采用超声溶解。

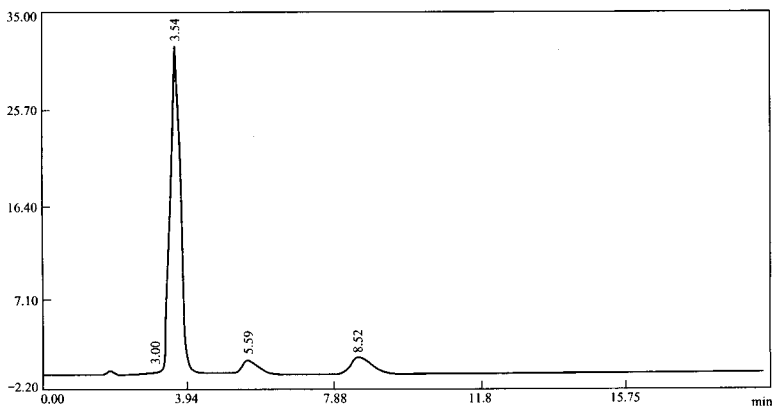
注: 溶解必须完全。

4.7.5.3 试料分析

用自动进样器进样或微量注射器注入试料, 每一试料需重复测定两次。

4.7.6 硫化剂 MOCA 典型色谱图

硫化剂 MOCA 典型色谱图见图 1。



注：3.00 min—游离胺。

图 1 硫化剂 MOCA 典型色谱图

4.7.7 结果计算

以质量分数 w_1 表示的游离胺含量,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——试料中游离胺的峰面积;

A_i ——试料中各组份的峰面积。

4.8 丙酮不溶物的测定

4.8.1 试剂和材料

丙酮[67—64—1]。

4.8.2 仪器

4.8.2.1 烘箱:在 $(85 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下操作。

4.8.2.2 抽滤装置。

4.8.2.3 砂芯坩埚:G₃。

4.8.2.4 干燥器:内盛变色硅胶或无水氯化钙。

4.8.3 分析步骤

4.8.3.1 在 $(85 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下,于烘箱中将空砂芯坩埚烘至恒量,干燥器中冷却 30 min,称量(精确到 1 mg)。

4.8.3.2 称取约 5 g 试料(精确到 1 mg)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。

4.8.3.3 在 $(85 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下,于烘箱中将上述盛有丙酮不溶物的砂芯坩埚烘至恒量,干燥器中冷却 30 min,称量(精确到 1 mg)。

4.8.4 结果计算

丙酮不溶物的质量分数 w_2 ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

(10)

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_0 ——试料质量的数值，单位为克(g)。

测定结果为两次平行测定结果的算术平均值，计算结果表示到小数点后两位。

5 检验规则

5.1 检验分类

表1中“固态密度”、“游离胺含量”为型式检验项目，其余为出厂检验项目。

5.2 出厂检验

硫化剂 MOCA 应由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的硫化剂 MOCA 符合本标准的要求，每一批出厂的硫化剂 MOCA 都应附有一定格式的质量证明书，内容包括产品名称、标准编号、批号、净含量、生产日期及生产厂名、厂址。

5.3 用户验收

用户有权按照本标准的要求，对收到的硫化剂 MOCA 质量进行检验。

5.4 组批规则

以每日均匀产量产品为一批。

5.5 取样方法

按 GB/T 6678 的规定采样，将选取具有代表性的试样混匀，取样量不少于 80 g，将试样分装于两个清洁、干燥的透明塑料袋中，粘标签，注明生产厂名、产品名称、批号、取样日期、取样人，一袋供检验，一袋封口以备复查。

5.6 复检

如果检验结果中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中取样进行检验，复检结果若不符合本标准，则整批产品判为不合格产品。

5.7 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议时，由双方协商解决，如需仲裁应按本标准的规定执行。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

每个外包装上应有明显、耐久性标志，内容包括生产厂名、地址、联系电话、产品名称、等级、生产日期、批号、净含量。

6.2 包装

可以用复合纸袋、纸板桶包装。每件净含量应符合标识标明值，允许误差 $\pm 0.5\%$ ，每批平均净含量不得低于标签标明值。包装要求避光、防湿，密封性能好。

6.3 运输

产品运输时应注意防水、避光。

6.4 贮存

产品应贮存于通风、干燥、避光的仓库中。