

中国橡胶工业协会团体标准

T/CRIA 25002—2021

橡胶硫化促进剂 TBBS

Rubber vulcanizing accelerator TBBS

2021-12-14 发布

2022-03-01 实施

中国橡胶工业协会 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国橡胶工业协会提出并归口。

本文件由中国橡胶工业协会橡胶助剂专业委员会负责解释。

本文件起草单位：山东尚舜化工有限公司、科迈化工股份有限公司、山东阳谷华泰化工股份有限公司、蔚林新材料科技股份有限公司、圣奥化学科技有限公司、山东斯递尔化工科技有限公司、鹤壁市双力橡塑有限公司。

本文件主要起草人：单鑫、安静、屈军伟、师利龙、赵新远、王延滨、王延栋、高波、高杨、薛香菊、冯秀兰。

橡胶硫化促进剂 TBBS

1 范围

本文件规定了 N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺(橡胶硫化促进剂 TBBS)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于橡胶硫化促进剂 TBBS 的生产、检验、交付、验收。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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/T 191 包装储运图示标志
- 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 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 8170 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 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法
- GB/T 21184—2007 橡胶配合剂 次磺酰胺促进剂 试验方法
- GB/T 21840 硫化促进剂 TBBS

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

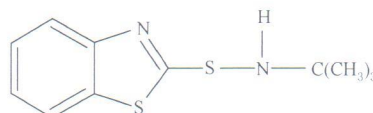
3.1

橡胶硫化促进剂 TBBS rubber vulcanizing accelerator TBBS

化学名称:N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺

分子式: $C_{11}H_{14}N_2S_2$

结构式:



相对分子质量:238.37(按 2018 年国际相对原子质量)

CAS RN:95-31-8

3.2

颗粒 granule

将粉未经捏合、造粒,得到的颗粒状产品。

3.3

油粉 oiled powder

将粉末充油,得到的含油粉末产品,其中油含量小于或等于2%。

4 要求

橡胶硫化促进剂 TBBS 应符合表 1 的技术要求。

表 1 橡胶硫化促进剂 TBBS 的技术要求

序号	项目	指标		
		粉末	颗粒	油粉 ^a
1	外观	白色或淡黄色粉末	白色或淡黄色粒状	白色或淡黄色粉末
2	初熔点/℃	≥ 105.0	105.0	104.0
3	加热减量(质量分数)/%	≤ 0.40	0.40	0.40
4	灰分(质量分数)/%	≤ 0.30	0.30	0.30
5	150 μm 筛余物(质量分数)/%	≤ 0.10		0.10
6	甲醇不溶物(质量分数)(150 μm)/%	≤ 1.0	1.0	1.0
7	游离胺 ^b (质量分数)(150 μm)/%	≤ 0.50	0.50	0.50
8	纯度 ^c (质量分数)(150 μm)/%	≥ 97.0	96.0	96.0

^a 只适用于油含量小于或等于2%的产品,油含量的测试方法见附录 A。
^{b,c} 为根据用户要求检测项目。

5 试验方法

5.1 通则

除非另有说明,在分析中所用标准溶液、制剂和制品,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 外观

在自然光线下目测。

5.3 初熔点的测定

5.3.1 毛细管测定法

按 GB/T 11409—2008 的规定进行。装试样的毛细管内径为 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±0.2) ℃/min 升温。

5.3.2 数字熔点仪测定法

按 GB/T 617—2006 中 4.2 的规定进行测定,其中毛细管的长度为 70 mm~100 mm,内径为 1.2 mm~1.4 mm,壁厚为 0.2 mm~0.3 mm,毛细管填装试样 3 mm~6 mm。

5.3.3 其他

当试验结果有争议时,以毛细管测定法为仲裁法。

5.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 的规定进行,称样量约 2 g(精确至 0.1 mg),电热恒温干燥箱的温度控制在 $(70\pm 2)^{\circ}\text{C}$,加热时间为 3 h。

5.5 灰分的测定

按 GB/T 11409—2008 的规定进行,称样量约 3 g(精确至 0.1 mg),高温炉温度控制在 $(750\pm 25)^{\circ}\text{C}$,灼烧时间为 2 h。

5.6 筛余物的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.5.2 的规定进行测定,试验筛尺寸为 $\phi 200\text{ mm}\times 50\text{ mm}$,网孔基本尺寸为 $150\ \mu\text{m}$ 。

5.7 甲醇不溶物的测定

按 GB/T 21840 的规定进行。

5.8 游离胺含量的测定

按 GB/T 21840 的规定进行。

5.9 纯度的测定

5.9.1 液相色谱法

按 GB/T 21840 的规定进行,其中:

- 高效液相色谱的柱温设为 $(35\pm 1)^{\circ}\text{C}$;
- 标样溶液和试样溶液的制备所使用溶剂可以为二氯甲烷和甲醇的混合液或者乙腈;
- TBBS 标准物的制备方法见附录 B。

5.9.2 滴定法

按 GB/T 21184—2007 中 5.6.3 的规定进行,两次平行测定结果之差应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

5.9.3 其他

当试验结果有争议时,以液相色谱法为仲裁法。

6 检验规则

6.1 出厂检验

6.1.1 组批与抽样

本产品以同等质量的均匀产品为一批。按 GB/T 6679 的规定进行抽样,抽样量不少于 600 g,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、抽样日期及抽样人姓名,一瓶(袋)由检验部门进行检验,另一瓶(袋)保存备查。

6.1.2 检验项目

表 1 中 1 项~6 项为出厂检验项目,7、8 两项为根据用户要求检验项目。

6.2 型式检验

表 1 中规定的所有项目为型式检验项目。在有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 更新关键生产工艺;
- 主要原料有变化;
- 停产又恢复生产。

6.3 判定规则

当出厂项目检验结果全部符合本文件要求时,判定为合格。

当出厂项目检验结果中有一项指标不符合本文件要求时,应抽取同一批双倍样品进行复检,复检结果仍有一项指标不符合本文件的要求,则该批产品判定为不合格。

检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 每个外包装上应有清晰、牢固的质量证明书标志,内容包括:产品名称、产品形态、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。

7.1.2 每个包装好的产品应附有产品出厂合格证。

7.2 包装

7.2.1 用木纤维桶或内衬塑料薄膜袋的编织袋包装,每袋(或桶)净含量为 25 kg 或 20 kg。

7.2.2 若需要其他包装方式,则按照供需双方协商执行。

7.3 运输

运输时应符合 GB/T 191 的规定,避免日晒和受潮,在搬运时轻装轻卸,严禁用手钩。

7.4 贮存

7.4.1 本产品应贮存在清洁、通风、干燥的库房内,远离热源。

7.4.2 在规定的运输、贮存条件下,自生产之日起贮存期为 6 个月。

附 录 A
(资料性)
充油产品油含量的测定方法

A.1 原理

以正庚烷作溶剂,分离出 TBBS 试样中的油组分,用浓盐酸作萃取剂,加热蒸发掉溶解油组分的正庚烷,用减量法计算油含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 正庚烷[142-82-5]:分析纯。

A.2.2 盐酸[7647-01-0]:浓度(体积分数)36.5%,分析纯。

A.3 仪器和设备

A.3.1 电热干燥箱。

A.3.2 水浴锅。

A.3.3 锥形瓶:250 mL。

A.3.4 移液管:50 mL。

A.3.5 量筒:50 mL。

A.3.6 蒸发皿:100 mL。

A.3.7 量筒:100 mL。

A.3.8 分液漏斗:250 mL。

A.4 分析步骤

A.4.1 准确称取 10 g 试样(记为 W_s ,精确至 0.01 g)置于 250 mL 锥形瓶中,然后加入 100 mL 正庚烷,不停摇动 3 min~5 min 后,静置约 10 min 使其分层。

A.4.2 用移液管吸取上层清液 50 mL 置于清洁的分液漏斗中,然后加入 50 mL 浓盐酸后不停摇动分液漏斗(最多 15 min,摇动时关闭分液漏斗的排气口,但要注意随时排气)直到两液相被完全分开,静置 5 min 后打开排气口小心地放掉下部液体。

A.4.3 分 3 次用蒸馏水分离有机相,步骤同 A.4.2,具体操作为:加入适量(约 50 mL)蒸馏水不停摇动分液漏斗,然后静置分层后放掉下部液体。

A.4.4 将分液漏斗中的有机相放入已知质量(记为 W_1)清洁干燥的蒸发皿内,将该蒸发皿放入温度为 100 °C 的水浴锅中蒸发掉正庚烷,最后放入 60 °C 的烘箱中干燥 1 h,称量该蒸发皿的质量(记为 W_2)。

A.5 结果的计算

油含量以质量分数 W 记,数值以 % 表示,按式 A.1 计算:

$$W = \frac{2(W_2 - W_1)}{W_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

W ——油含量,%;

W_1 ——空蒸发皿的质量,单位为克(g);

W_2 ——含油蒸发皿的质量(烘干后),单位为克(g);

W_s ——称取试样的质量,单位为克(g)。

A.6 允许差

平行测定两个结果的差不大于其算术平均值的 10%,取其算术平均值作为分析结果。

附 录 B

(资料性)

TBBS 标准物的制备方法

B.1 原理

通过对 TBBS 的反复重结晶加以提纯。

B.2 分析步骤

标准物可通过对 TBBS 的反复重结晶进行提纯,将 100 g TBBS 溶于 500 mL 分析纯试剂无水乙醇 [64-17-5]中,轻微加热(50 ℃),加 6 g 的活性炭并搅拌 30 min,于冰水冷却浴中以重力过滤热溶液,真空过滤结晶。重复乙醇结晶并在 50 ℃的真空干燥箱中保持 12 h。重复此步骤,直到目标纯度。

标准物纯度的测定按照 5.9.1 的规定进行,采用面积归一化法进行计算。

中国橡胶工业协会
团体标准
橡胶硫化促进剂 TBBS
T/CRIA 25002—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

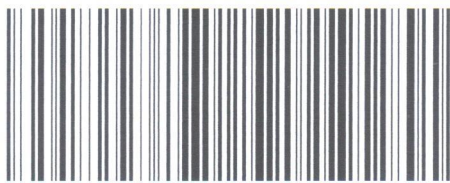
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2022年1月第一版 2022年1月第一次印刷

*

书号: 155066·5-4069 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



T/CRIA 25002-2021



码上扫一扫 正版服务到