

前 言

本标准代替 GB/T 8828—1988《防老剂 4010NA》。

本标准与日本工业标准 JIS K 6220-3:2001《橡胶用配合剂 试验方法 第 3 部分:防老剂》的一致性程度为非等效。

本标准与 JIS K 6220-3:2001 的主要差异及原因如下:

- 经试验验证,本标准关于纯度测定的试验方法仅采用了毛细管柱气相色谱法,纯度测定操作条件与日本工业标准略有差异(JIS K 6220-3:2001 的 7.4;本标准的 5.2);
- 为了使加热温度的控制更加严格,本标准关于加热减量测定的加热温度控制范围与日本工业标准不同(JIS K 6220-3:2001 的 10.4.2;本标准的 5.3);
- 为了有利于产品的市场销售本标准规定的技术指标分等分级(JIS K 6220-3:2001 的附录 3;本标准的 3.2)。

本标准与 GB/T 8828—1988 的主要差异如下:

- 关于试验方法的规定引用了相应的国家标准(1988 年版的第 2 章;本版的第 5 章);
- 增加了纯度的测定(本版的 5.2);
- 将产品的外观由“灰紫色至紫褐色片状”改为“灰紫色至紫褐色片状或粒状”(1988 年版的 1.1;本版的 3.1);
- 产品的技术指标分等分级(1988 年版的 1.1;本版的 3.2)。

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:中国石化集团南京化工厂。

本标准主要起草人:钱迎春、杜建国。

本标准于 1988 年首次发布,本次为第一次修订。

防老剂 4010NA

1 范围

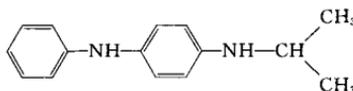
本标准规定了防老剂 4010NA 的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由 RT 培司(4-氨基二苯胺)与丙酮缩合而制得的防老剂 4010NA。

化学名称: N-异丙基-N'-苯基对苯二胺

分子式: $C_{15}H_{18}N_2$

结构式:



相对分子质量: 226.32(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 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 9722—1988 化学试剂 气相色谱通则

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 11409.7 橡胶防老剂、硫化促进剂灰分的测定方法

3 要求

3.1 外观:灰紫色至紫褐色片状或粒状。

3.2 防老剂 4010NA 应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 防老剂 4010NA 的技术要求

项 目		指 标	
		优等品	一等品
纯度/%(面积归一)	≥	95.0	92.0
熔点/℃	≥	71.0	70.0
加热减量/%	≤	0.50	
灰分/%	≤	0.30	

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次混合均匀的产品为一批。所采产品的包装必须完好,采样时勿使外界杂物落入产品中。由每批交付总数中随机抽取 10%,小批时不能少于 5 袋。用不锈钢取样器自袋中

产品的上、中、下层取样,将其充分混匀,从中取出约 500 g 试样,分装两个清洁、干燥的塑料袋或磨口中,粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、批号、取样日期、及取样人姓名,一份由检验部门检验,一份保存备查。

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 外观

用目视法判断。

5.2 纯度的测定

5.2.1 方法提要:用气相色谱法进行测定,检测器用氢火焰离子化检测器,计算方法采用面积归一法。

5.2.2 试剂:二氯甲烷[75-09-2]。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 气相色谱仪:仪器灵敏度及稳定性应符合 GB/T 9722—1988 的规定。

5.2.3.2 检测器:氢火焰离子化检测器。

5.2.3.3 色谱柱:毛细管色谱柱,固定相为 SE-30。

5.2.3.4 注射器:10 μ L 微量注射器。

5.2.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示(仪器以安捷伦 6890 为例)。

表 2 色谱操作条件

柱子尺寸,长度 \times 内径 \times 膜厚		30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m
载气		氮气
载气流量/(mL/min)		1.2
检测器温度/ $^{\circ}$ C		300
汽化室温度/ $^{\circ}$ C		300
燃烧气(氢气)流量/mL/min		30
助燃气(空气)流量/mL/min		300
补偿气		氮气
补偿气流量/mL/min		29
分流比		80 : 1
升温程序	初始柱温/ $^{\circ}$ C	80
	保持时间/min	0
	升温速率/ $^{\circ}$ C/min	10
	最终温度/ $^{\circ}$ C	300
	终温保持时间/min	8
定量方法		面积归一法
积分参数设置		最小峰面积的设置需低于主峰的 0.1%

根据不同仪器,选取其最佳操作条件。

5.2.5 分析步骤

称取防老剂 4010NA 试料 0.10 g \sim 0.15 g,精确到 1 mg,于 10 mL 清洁、干燥的容量瓶中,用二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。启动仪器,待仪器各项操作条件稳定后,进样 1 μ L,出峰完毕后,由数据

处理机或工作站测量各组分的峰面积,并给出防老剂 4010NA 的面积分数 W ,数值以%表示。或进行下列结果计算。

5.2.6 结果计算:

纯度以防老剂 4010NA 的面积分数 W 计,数值以%表示,按下列公式计算:

$$W = \frac{A_c}{A_T} \times 100$$

式中:

A_c ——防老剂 4010NA 的峰面积,单位为平方毫米(mm^2);

A_T ——总的峰面积,单位为平方毫米(mm^2)。

两次平行测定结果之差不大于 0.3%,取其算术平均值作为测定结果。

5.2.7 色谱图

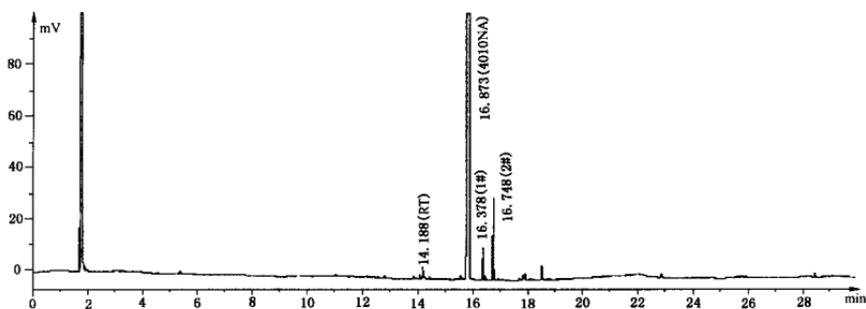


图 1 防老剂 4010NA 的色谱图

5.3 加热减量的测定

按 GB/T 11409.4 的规定,测定防老剂 4010NA 的加热减量。电热恒温干燥箱的温度控制在 $50^{\circ}\text{C} \sim 55^{\circ}\text{C}$,试料量约 3 g(精确至 0.001 g),干燥时间 3 h。

两次平行测定结果之差不大于 0.04%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4 熔点的测定

将测定加热减量后的试料按 GB/T 11409.1 的规定,测定防老剂 4010NA 的熔点。

两次平行测定结果之差不大于 0.4°C ,取其算术平均值作为测定结果。

5.5 灰分的测定

按 GB/T 11409.7 的规定,测定防老剂 4010NA 的灰分。高温炉的温度控制在 $(750 \pm 25)^{\circ}\text{C}$,试料量 1.5 g~2 g(精确至 0.001 g),灼烧时间 2 h。

两次平行测定结果之差不大于 0.04%,取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本标准第 3 章中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 复检

检验结果的判定按 GB/T 1250 规定的修约值比较法执行,结果的最终表示应和要求的指标值的位数一致。检验结果中若有一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍采取样品进行检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

防老剂 4010NA 包装容器上应涂刷牢固的、明显的标志,其内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、商标、净含量,并按 GB/T 191 的规定,标明“禁用手钩”、“怕雨”标志。包装件上应附有标签,标明批号、生产日期、净含量、等级及标准编号。与包装袋上重复的内容,可以省略。

7.2 包装

防老剂 4010NA 用内衬塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装,每袋净含量 25 kg。
也可以根据用户要求采用其他包装。

7.3 运输

应装于清洁、有顶篷的车辆内运输。

7.4 贮存

装有防老剂 4010NA 的包装袋应贮存在干燥的房屋内。
