



中华人民共和国国家标准

GB/T 11407—2013
代替 GB/T 11407—2003

硫化促进剂 2-巯基苯并噻唑(MBT)

Vulcanizing accelerator—2-Mercaptobenzothiazole (MBT)

2013-07-19 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 11407—2003《硫化促进剂 M》，与 GB/T 11407—2003 相比主要技术变化如下：

——将标准名称“硫化促进剂 M”改为“硫化促进剂 2-巯基苯骈噻唑(MBT)”；

——增加了 CAS RN(见第 1 章)；

——增加了纯度的质量分数的技术要求和试验方法(见第 3 章和 4.7)；

——删除了指标的分等分级(见第 3 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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(SAC/TC 35/SC 12)。

本标准负责起草单位：科迈化工股份有限公司。

本标准参加起草单位：河南省开仑化工有限责任公司、山东尚舜化工有限公司、东北助剂化工有限公司、河南恒瑞橡塑科技股份有限公司、天津市有机化工一厂、濮阳蔚林化工股份有限公司、荣成市化工总厂有限公司。

本标准主要起草人：王树华、白春梅、孙桂英。

本标准于 1989 年首次发布，2003 年第一次修订，本次为第二次修订。

硫化促进剂 2-巯基苯骈噻唑(MBT)

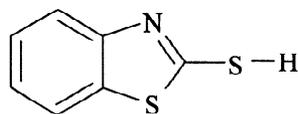
1 范围

本标准规定了硫化促进剂 2-巯基苯骈噻唑(简称硫化促进剂 MBT)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以硫磺、二硫化碳与苯胺或硝基苯为原料经高压反应生成的硫化促进剂 MBT;以邻硝基氯苯、硫化钠、硫磺、二硫化碳为原料在常压下合成的硫化促进剂 MBT。

分子式: $C_7H_5NS_2$

结构式:



相对分子质量: 167.23(按 2011 年国际相对原子质量)

CAS RN: 149-30-4

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—2003 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

3 要求

硫化促进剂 MBT 的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 硫化促进剂 MBT 的技术要求和试验方法

项目	指标	试验方法
(1)外观	灰白色至淡黄色粉末或粒状	目测
(2)初熔点/℃	≥170.0	GB/T 11409—2008 中 3.1
(3)加热减量的质量分数/%	≤0.30	GB/T 11409—2008 中 3.4
(4)灰分的质量分数/%	≤0.30	GB/T 11409—2008 中 3.7
(5)筛余物 ^a (150 μm)的质量分数/%	≤0.10	GB/T 11409—2008 中 3.5
(6)纯度 ^b 的质量分数/%(滴定法、HPLC 法)	≥97.0	本标准 4.7

^a 筛余物不适用于粒状产品。
^b 为根据用户要求检验项目。

4 试验方法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

4.1 一般规定

除非另有说明,分析中所用标准溶液、试剂及制品,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—2008 中规定的三级水。

本标准中试验数据的表示和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

4.2 外观

在自然光下目测。

4.3 初熔点的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.1 的规定进行测定。

4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.4 的规定进行,电热恒温干燥箱的温度为 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 灰分的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.7 的规定进行,称样量约 3 g(精确至 0.1 mg),高温炉温度为 $(750\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 。

4.6 筛余物的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.5.2 的规定进行测定。

4.7 纯度的测定

4.7.1 滴定法

4.7.1.1 试剂

4.7.1.1.1 95%乙醇[64-17-5]。

4.7.1.1.2 氢氧化钠[1310-73-2]标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.7.1.1.3 酚酞指示液:10 g/L。

4.7.1.2 仪器

4.7.1.2.1 滴定管:50 mL,分度值 0.1 mL。

4.7.1.2.2 三角瓶:250 mL。

4.7.1.3 分析步骤

称取试样约 0.5 g,精确至 0.1 mg,置于 250 mL 三角瓶中,加入 50 mL 乙醇(4.7.1.1.1),使试样完全溶解,必要时在水浴中加热,加热水浴温度不高于 40°C ,加入 5~6 滴酚酞指示液,用氢氧化钠(0.1 mol/L)标准滴定溶液滴定至溶液成浅粉色为终点,同时做空白试验。

4.7.1.4 结果计算

硫化促进剂 MBT 纯度的质量分数以 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_2 - V_1)cM}{1\,000\,m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_2 ——试样消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——0.1 mol/L 氢氧化钠浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——硫化促进剂 MBT 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=167.23$)。

4.7.1.5 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.7.2 HPLC 法(仲裁法)

4.7.2.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙酸溶液(0.001 mol/L):乙腈(含乙酸 0.001 mol/L)=65:35 为流动相。使用以 SB-C18 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(325 nm),对试样中的 MBT 进行反相高效液相色谱分离和测定,计算方法采用外标法。

4.7.2.2 仪器

4.7.2.2.1 高效液相色谱仪。

4.7.2.2.2 检测器:多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

4.7.2.2.3 色谱柱:内径为 4.6 mm,长为 250 mm 的不锈钢柱,内装 SB-C18 5 μ m 填充物(或具等同效果的填充柱)。

4.7.2.2.4 微量注射器:50 μ L 平头。

4.7.2.2.5 色谱工作站或数据处理机。

4.7.2.3 试剂

4.7.2.3.1 乙腈[75-05-8]:色谱纯。

4.7.2.3.2 冰乙酸[64-19-7]:色谱纯。

4.7.2.3.3 水:经 0.45 μ m 滤膜过滤。

4.7.2.3.4 硫化促进剂 MBT 标样:已知 MBT 的质量分数 $\geq 99.5\%$ 。标准样品可通过对硫化促进剂 MBT 用适当溶剂进行反复重结晶、提纯制得。标准物纯度的评估由杂质 HPLC 梯度分析及差热分析(DTA)来确定。标准物于 5 $^{\circ}$ C 以下贮存,每三个月对杂质 HPLC 分析一次。

4.7.2.4 色谱分析条件

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

操作参数	操作条件
柱温	(25±2)℃
检测波长	325 nm
进样量	10 μL
流速	2 mL/min
流动相	冰乙酸溶液 (0.001 mol/L) : 乙腈 (含冰乙酸 0.001 mol/L) = 65 : 35
注：上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。	

4.7.2.5 测定步骤

4.7.2.5.1 标样溶液的制备

称取研细的硫化促进剂 MBT 标样约 0.03 g(精确至 0.1 mg),置于洁净干燥的 100 mL 容量瓶中,加入乙腈超声溶解,并用乙腈稀释至刻度。摇匀,过滤。

4.7.2.5.2 试样溶液的制备

称取研细的硫化促进剂 MBT 试样约 0.03 g(精确至 0.1 mg),按 4.7.2.5.1 的规定进行操作。

4.7.2.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,按照标样溶液、试样溶液顺序进行测定。

4.7.2.6 结果计算

硫化促进剂 MBT 的纯度以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 m_2 p}{A_1 m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_2 ——试样溶液中,硫化促进剂 MBT 峰面积的数值;

m_2 ——标样质量的数值,单位为克(g);

p ——标样中 MBT 质量分数的数值, %;

A_1 ——标样溶液中,硫化促进剂 MBT 峰面积的数值;

m_3 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

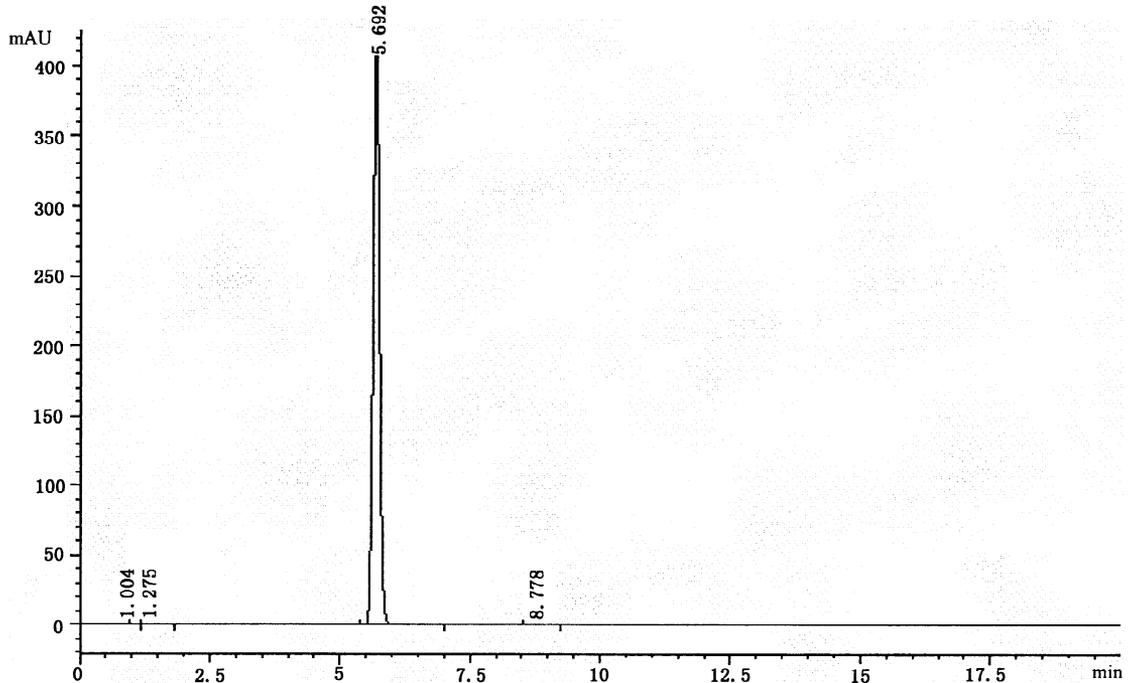
注:如应用色谱工作站,用外标法由工作站曲线直接得出试样中硫化促进剂 MBT 纯度的质量分数。

4.7.2.7 允许差

两次平行测定结果之差不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.7.2.8 色谱图

硫化促进剂 MBT 样品分析典型色谱图见图 1。



注：5.692 min——硫化促进剂 MBT。

图 1 硫化促进剂 MBT 样品分析典型色谱图

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

硫化促进剂 MBT 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产品符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、标准号、生产厂名、注册商标、批号、生产日期等。

5.3 组批规则

以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

以批为单位采样。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。采样时用不锈钢取样器自袋中产品的上、中、下层取样,将所采的样品混合均匀。从中取出约 500 g 试样,分装于两个清洁、干燥的磨口瓶或塑料袋中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:产品名称、批号、取样日期等,一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查。

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,应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进

行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求,则判该批产品为不合格品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

产品外包装上应有清晰、牢固的标志,内容包括:产品名称、标准号、生产厂名称、地址、生产日期、批号、商标、净含量等。并按 GB/T 191 规定标明“怕晒”、“怕雨”等标志。

6.2 包装

产品应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。特殊包装按用户要求。

6.3 运输

产品在运输时应防雨、防晒,在搬运时轻装轻卸,防止撞击。

6.4 贮存

6.4.1 产品应贮存在清洁干燥、通风良好的库房内,避免阳光直射。离墙壁的距离应大于 0.5 m,并不得靠近自来水管、下水道和取暖装置,以防止潮湿和变质,更不能靠近火源。

6.4.2 产品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 24 个月。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫化促进剂 2-巯基苯骈噻唑(MBT)
GB/T 11407—2013

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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 14 千字
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47452 定价 16.00 元



GB/T 11407-2013