

ICS 71.100.40
G 71



中华人民共和国国家标准

GB/T 11408—2013
代替 GB/T 11408—2003

GB/T 11408—2013

硫化促进剂 二硫化二苯并噻唑(MBTS)

Vulcanizing accelerator—Dibenzothiazole disulfide(MBTS)

中华人民共和国
国家标准
硫化促进剂 二硫化二苯并噻唑(MBTS)
GB/T 11408—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 16 千字
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47405 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



GB/T 11408—2013

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

m_3 ——标样的质量,单位为克(g);
 p ——标样中 MBTS 的质量分数,%;
 A_1 ——标样溶液中,硫化促进剂 MBTS 的峰面积;
 m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

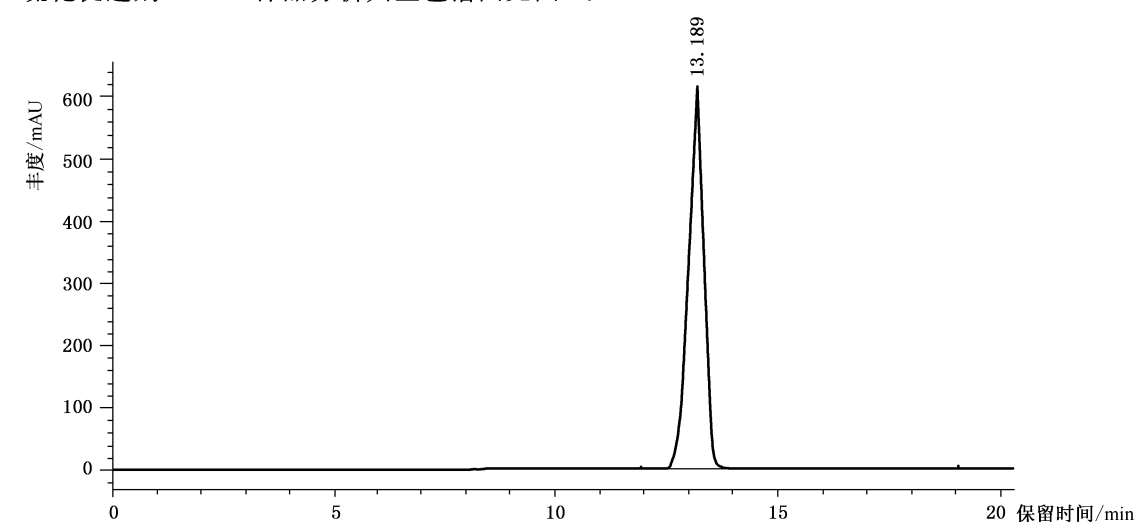
注:如应用色谱工作站,用外标法由工作站曲线直接得出试样中硫化促进剂 MBTS 纯度的质量分数。

4.8.2.7 允许差

2次平行测定结果之差不得大于1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.8.2.8 色谱图

硫化促进剂 MBTS 样品分析典型色谱图见图 1。



注:硫化促进剂 MBTS 的出峰时间为 13.189 min。

图 1 硫化促进剂 MBTS 分析典型色谱图

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中规定的第(1)~(5)项为出厂检验项目,第(6)~(7)项为根据用户要求的检验项目。

5.2 生产厂检验

硫化促进剂 MBTS 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

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 11408—2003《硫化促进剂 DM》,与 GB/T 11408—2003 相比主要技术变化如下:

- 将标准名称“硫化促进剂 DM”改为“硫化促进剂 二硫化二苯骈噻唑(MBTS)”;
- 增加了 CAS RN(见第 1 章);
- 增加了游离 MBT 的质量分数的技术要求和试验方法(见第 3 章和 4.7);
- 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 4.8);
- 删除了指标的分等分级。

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、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。

- 4.8.1.2.3 碘化钾[7681-11-0]。
 4.8.1.2.4 醋酸[64-19-7]。
 4.8.1.2.5 异丙醇[67-63-0]-甲苯[108-88-3]:5+3。
 4.8.1.2.6 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ 。
 4.8.1.2.7 硫代硫酸钠[10102-17-7]标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
 4.8.1.2.8 淀粉指示液:10 g/L。

4.8.1.3 仪器

- 4.8.1.3.1 滴定管:50 mL,分度值 0.1 mL。
 4.8.1.3.2 碘量瓶:500 mL。
 4.8.1.3.3 磁力搅拌器。

4.8.1.4 分析步骤

称取试样约 0.5 g,精确至 0.1 mg,置于 500 mL 碘量瓶中。加入 50 mL 异丙醇-甲苯溶液(4.8.1.2.5),搅拌下,按顺序加入 50 mL 蒸馏水、6 g 碘化钾(4.8.1.2.3)、25 mL 盐酸溶液(4.8.1.2.6)、25 mL 醋酸(4.8.1.2.4)。立即用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,临近终点时加入 5 mL 淀粉指示液,颜色由蓝紫色经黄色直至奶白色为终点。同时做空白试验。

4.8.1.5 结果计算

硫化促进剂 MBTS 纯度的质量分数以 ω_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{(V_3 - V_4)c_2M_2}{2000 m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- ω_2 ——硫化促进剂 MBTS 纯度的质量分数, %;
 V_3 ——试样消耗 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_4 ——空白试验消耗 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c_2 ——0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 M_2 ——促进剂 MBTS 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=332.44$);
 m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.8.1.6 允许差

2 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。

4.8.2 HPLC 法(仲裁法)

4.8.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以甲醇-水为流动相。使用以 SB-C18 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(275 nm),对试样中的 MBTS 进行反相高效液相色谱分离和测定,计算方法采用外标法。

4.8.2.2 仪器

- 4.8.2.2.1 高效液相色谱仪。
 4.8.2.2.2 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。
 4.8.2.2.3 色谱柱:内径为 4.6 mm,长为 250 mm 的不锈钢柱,内装 SB-C18 5 μm 填充物(或具等同效果的填充柱)。

硫化促进剂 二硫化二苯并噻唑(MBTS)

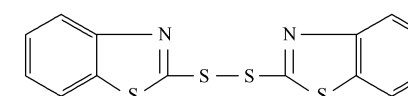
1 范围

本标准规定了二硫化二苯并噻唑(简称硫化促进剂 MBTS)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由硫化促进剂 MBT 以氧气、亚硝酸钠、双氧水、氯气等为氧化剂制得的硫化促进剂 MBTS。

分子式: $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{N}_2\text{S}_4$ 。

结构式:



相对分子质量:332.44(按 2011 年国际相对原子质量)。

CAS RN:120-78-5。

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—2008 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 MBTS 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 MBTS 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/ $^{\circ}\text{C}$	≥ 164.0	GB/T 11409—2008 中 3.1
(3) 加热减量的质量分数/%	≤ 0.40	GB/T 11409—2008 中 3.4
(4) 灰分的质量分数/%	≤ 0.50	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