ICS 71.100.41
G 71

中华人民共和国国家标准

GB/T 8827—2006
代替 GB/T 8827—1988

防 老 剂 PAN

Antioxidant PAN

2006-08-24 发布　　2007-03-01 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

本标准代替 GB/T 8827—1988《防老剂 PAN》。

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:

——本标准为产品标准,其检测方法采用 JIS K 6220-3:2001 中的方法;

——本标准采用测定结晶点控制产品质量,而 JIS K 6220-3:2001 则采用熔点(本版的 4.2;JIS K 6220-3:2001 的附表 3);

——由于工艺原料上的差异,本标准增加游离胺技术指标(本版的 4.3)。

本标准与 GB/T 8827—1988 的主要差异如下:

——根据 ISO 6472:2004《橡胶配合剂　缩略语》中的规定将标准名称《防老剂甲》改为《防老剂 PAN》(本版的封面;1988 年版的封面);

——增加规范性引用文件一章(本版的第 2 章);

——外观由黄色或紫色片状改为浅黄棕色或紫色片状(1988 年版的第 1 章;本版的第 3 章);

——本标准增加挥发分、灰分两项技术指标(本版的 4.4 和 4.5);

——将凝固点改为结晶点(1988 年版的第 1 章;本版的第 3 章)。

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。

本标准负责起草单位:中国石化集团南京化学工业有限公司、天津拉勃助剂有限公司。

本标准参加起草单位:天津市茂丰化工有限公司、河南省开仑化工有限公司。

本标准主要起草人:钱迎春、杜建国、安方、杨爱焕。

本标准于 1988 年首次发布,本次为第一次修订。

防 老 剂 PAN

1 范围

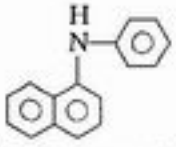
本标准规定了N-苯基-1-萘胺(防老剂PAN)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由苯胺与1-萘胺反应所制得的防老剂PAN。

化学名称:N-苯基-1-萘胺

分子式:$C_{16}H_{13}N$

结构式:



相对分子质量:219.28(按2001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 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 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250 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 6682—1992,eqv ISO 3696:1987)

3 要求

防老剂PAN应符合表1所示的技术要求。

表1 防老剂PAN的技术要求

项 目		指 标
外观		浅黄棕色或紫色片状
结晶点/℃	≥	53.0
游离胺(以苯胺计)的质量分数/%	≤	0.20
挥发分的质量分数/%	≤	0.30
灰分的质量分数/%	≤	0.10

4 试验方法

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所规定的三级水。

检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

4.1 外观

用目视法判断。

4.2 结晶点的测定

4.2.1 仪器

4.2.1.1 结晶管：长约 150 mm，外径约 25 mm。

4.2.1.2 外套管：长约 120 mm，壁厚约 2 mm，内径约 28 mm。

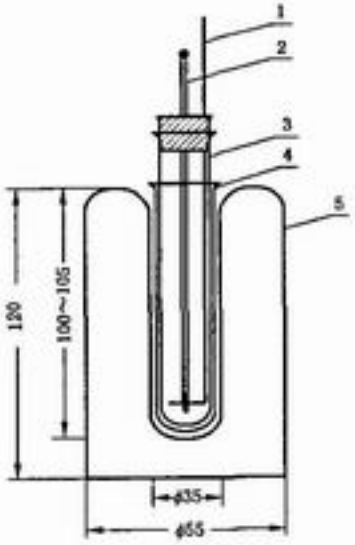
4.2.1.3 杜瓦瓶：尺寸如图 1 所示。

4.2.1.4 搅拌器：(0.8～1)mm 不锈钢丝制成，下部绕成约 20 mm 直径的环。

4.2.1.5 温度计：分度值 0.1℃局浸温度计，长约 300 mm，温度范围约(40～60)℃。

4.2.1.6 电热恒温干燥箱。

单位为毫米



1——搅拌器；
2——温度计；
3——结晶管；
4——外套管；
5——杜瓦瓶。

图 1 结晶点测定仪示意图

4.2.2 分析步骤

将试样置于(60～65)℃的电热恒温干燥箱中充分熔化，然后倾入结晶管内[结晶点测定器和结晶管都经(60～65)℃预热]，试料高度约 65 mm，垂直插入不锈钢搅拌器及带塞的温度计(温度计底部距结晶管底部约 10 mm)，不断上下拉动搅拌器(每分钟约 100 次左右)，使试料冷却，在温度计指示值出现回升过程中逐渐减慢搅拌速度，临近试料结晶点时可微微抖动温度计代替搅拌，当温度上升到最高点不再上升时，此温度即为结晶点温度。

4.2.3 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2℃，取算术平均值作为测定结果。

4.3 游离胺含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 盐酸[7647-01-0]溶液：1＋1。

4.3.1.2 溴化钾[7758-02-3]溶液：100 g/L。

4.3.1.3 亚硝酸钠[7632-00-0]标准滴定溶液：$c(NaNO_2)=0.1$ mol/L。

4.3.1.4 淀粉-碘化钾试纸。

4.3.2 分析步骤

称取试样 10 g(精确到 0.01 g)于 250 mL 烧瓶中，加入 150 mL 蒸馏水，将其置于(60～70)℃水浴中充分搅拌 30 min，使游离胺溶解，趁热过滤，并以少量热水洗涤，滤液和洗液并入 250 mL 烧瓶中，加入 4 mL 盐酸溶液，5 mL 溴化钾溶液，在(10～15)℃下用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定，以淀粉-碘化钾试纸为指示剂，滴至保持 5 min 被测试液仍对淀粉-碘化钾试纸显微蓝色为终点。同时作空白试验。

4.3.3 结果计算

游离胺含量以苯胺的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1=\frac{(V-V_0)cM}{1\,000m}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

V——试料消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0——空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，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——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M——苯胺的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=93.13$)。

4.3.4 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 挥发分的测定

4.4.1 仪器

4.4.1.1 称量瓶：直径 50 mm，高 30 mm。

4.4.1.2 电热恒温干燥箱：可调节温度在(75±2)℃。

4.4.1.3 干燥器：内盛变色硅胶。

4.4.1.4 分析天平：精确称量到 0.1 mg。

4.4.2 分析步骤

a) 将洗净的称量瓶置于(75±2)℃干燥箱中干燥，而后移入干燥器冷却至室温，称量。再置于干燥箱内保持 30 min，移入干燥器且冷却至室温，称量直至恒量，质量为 m_1(精确到 0.1 mg)。

b) 称取(3～5)g 试样置于称量瓶中，称量，质量为 m_2(精确到 0.1 mg)。

c) 将装有试料的称量瓶(打开盖子)置于(75±2)℃烘箱中，保持 2 h。

d) 将称量瓶移入干燥器中，冷却至室温，称量，质量为 m_3(精确到 0.1 mg)。

e) 按 a)～d)的步骤，作重复测定。

4.4.3 结果计算

挥发分以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式(2)计算：

$$w_2=\frac{m_2-m_3}{m_2-m_1}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

m_1——称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m_2——称量瓶和试样加热前的质量的数值，单位为克(g)；

m_3——称量瓶和试样加热后的质量的数值，单位为克(g)。

4.4.4 允许差

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。

4.5 灰分的测定

4.5.1 仪器

4.5.1.1 马弗炉：能调节温度到(750±25)℃。

4.5.1.2 瓷坩埚：容量 30 mL。

4.5.1.3 钢制坩埚钳。

4.5.1.4 隔热手套。

4.5.1.5 干燥器：内盛变色硅胶。

4.5.1.6 分析天平：精确称量到 0.1 mg。

4.5.2 分析步骤

a) 于(750±25)℃的马弗炉中加热坩埚 30 min。

b) 将坩埚转移至干燥器中，冷却至室温，称量，质量为 m_4(精确到 0.1 mg)。

c) 称取(2～3)g 试样放入坩埚中，称量，质量为 m_5(精确到 0.1 mg)，在电炉上小心加热，至所有挥发物及可分解物被除去，残余物被炭化。

d) 将坩埚放入马弗炉中于(750±25)℃加热 2 h。

e) 将坩埚移入干燥器中，冷却至室温，称量，质量为 m_6(精确到 0.1 mg)。

f) 按 a)～e)的步骤做重复试验。

4.5.3 结果计算

灰分以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_6 - m_4}{m_5 - m_4} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

m_4——坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m_5——坩埚与试样的质量的数值，单位为克(g)；

m_6——坩埚与灰分的质量的数值，单位为克(g)。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02%，取其算术平均值作为测定结果。

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量监督检验部门按本标准检验合格后方可出厂，并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、批号等。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

按 GB/T 6679《固体化工产品采样通则》进行采样。采样时用不锈钢取样器取出包装件内上、中、下部的样品，将选取的试样仔细混匀，从中取出约 650 g 试样，分装两个清洁、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、采样日期及采样人姓名，一瓶(袋)由检验部门进行检验，另一瓶(袋)密封保存 3 个月备查。

5.5 复检

检验结果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件中采样进行复检。复检结

果仍有一项指标不符合本标准的要求，则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 每个外包装上应有清晰、牢固的标志，其内容包括：产品名称、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。

6.1.2 每个包装好的产品应附有产品出厂合格证，其内容包括：产品名称、标准号、批号、净含量等。

6.2 包装

6.2.1 本产品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 25 kg。

6.2.2 若需要其他包装方式，则按照合同执行。

6.3 运输

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

6.4 贮存

6.4.1 本产品应贮存在清洁、干燥的库房内，袋(或桶)与墙的距离应大于 0.5 m，并不得靠近自来水管、下水道和取暖装置，以防止潮湿或变质。

6.4.2 在规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为 24 个月。