



中华人民共和国国家标准

GB/T 24801—2019
代替 GB/T 24801—2009

防焦剂 *N*-环己基硫代邻苯二甲酰亚胺 (CTP)

Antiscorching agent—*N*-cyclohexylthiophthalimide (CTP)

2019-10-18 发布

2020-09-01 实施

国家市场监督管理总局
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 24801—2009《橡胶防焦剂 CTP》，与 GB/T 24801—2009 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见第 1 章)；
- 将初熔点的测定法目视法定为仲裁法(见 4.3.1)；
- 增加了初熔点的测定法仪器法(见 4.3.2)；
- 删除了“有效成分含量”的技术要求和试验方法(见 2009 年版的 4.6)；
- 增加了“纯度”的技术要求和试验方法(见 4.7)；
- 增加了有关安全的资料性附录(参见附录 A)。

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(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位：山东阳谷华泰化工股份有限公司、汤阴永新化学有限责任公司、国家橡胶助剂工程技术研究中心。

本标准主要起草人：师利龙、宋魁璟、安方、杜孟成、张新凤。

本标准于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

防焦剂 *N*-环己基硫代邻苯二甲酰亚胺 (CTP)

警示——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。

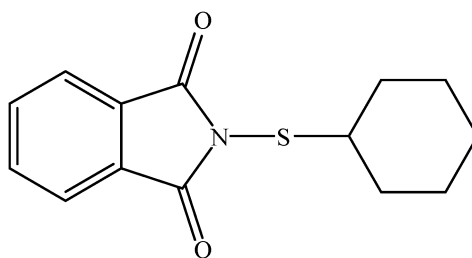
1 范围

本标准规定了防焦剂 *N*-环己基硫代邻苯二甲酰亚胺(简称防焦剂 CTP)技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以环己基次磺酰氯和邻苯二甲酰亚胺为主要原料,经缩合反应而制得的防焦剂 CTP。

化学名称:*N*-环己基硫代邻苯二甲酰亚胺。

结构式:



分子式: $C_{14}H_{15}NO_2S$

相对分子质量:261.28(按 2016 年国际相对原子质量)

CAS RN:17796-82-6

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—2008 包装储运图示标志

GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

3 技术要求

防焦剂 CTP 的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 防焦剂 CTP 的技术要求

序号	项 目	指 标	试验方法
1	外观	白色或灰白色粉末	见 4.2
2	初熔点/℃ $\geq$	89.0	见 4.3
3	加热减量(70 ℃ $\pm$ 2 ℃)/% $\leq$	0.50	见 4.4
4	灰分(700 ℃ $\pm$ 25 ℃)/% $\leq$	0.10	见 4.5
5	甲苯不溶物/% $\leq$	0.50	见 4.6
6	纯度 (HPLC)/% $\geq$	97.0	见 4.7

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,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。
试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

4.2 外观

在自然光线下目测。

4.3 初熔点的测定

4.3.1 目视法(仲裁法)

按 GB/T 11409—2008 中 3.1 的规定进行测定。

4.3.2 仪器法

按 GB/T 617—2006 中 4.2 的规定进行测定,其中毛细管的长度 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。

4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.4 规定进行测定,其中电热恒温干燥箱的温度为 70 ℃ $\pm$ 2 ℃。
两个平行测定值的绝对差值不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 灰分的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.7 规定进行测定,称样量约 3 g,精确至 0.000 1 g,高温炉的温度为 700 ℃ $\pm$ 25 ℃。

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.04%,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 甲苯不溶物的测定

4.6.1 试剂

甲苯[108-88-3]。

4.6.2 仪器

- 4.6.2.1 砂芯坩埚:G4,30 mL。
- 4.6.2.2 具塞锥形瓶:250 mL。
- 4.6.2.3 磁力搅拌器。
- 4.6.2.4 电热恒温干燥箱。
- 4.6.2.5 真空泵。

4.6.3 试验步骤

称取研细的样品约 2.5 g,精确至 0.000 1 g,置于具塞锥形瓶中,加入 125 mL 甲苯,盖好瓶塞,在磁力搅拌器上搅拌 30 min。溶解后,用预先在(70±2)℃下恒量的砂芯坩埚真空抽滤,用约 25 mL 甲苯洗涤锥形瓶,洗涤液倒入砂芯坩埚中保持 2 min 用真空泵抽吸。重复上述洗涤步骤两次。以上溶解和抽滤操作应在通风橱中进行。将抽滤后的砂芯坩埚置于(70±2)℃的电热恒温干燥箱中干燥 1 h,取出,在干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.000 1 g。

4.6.4 结果计算

防焦剂 CTP 的甲苯不溶物以质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_2 ——砂芯坩埚和甲苯不溶物质量,单位为克(g);
- m_1 ——砂芯坩埚质量,单位为克(g);
- m ——样品质量,单位为克(g)。

4.6.5 允许差

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

4.7 纯度的测定(HPLC)

4.7.1 原理

以乙腈-水为流动相,样品用流动相溶解。使用 C18 色谱柱和紫外检测器(254 nm),对样品中的 N-环己基硫代邻苯二甲酰亚胺(CTP)进行反相高效液相色谱分离和测定,计算方法采用面积归一法。

4.7.2 试剂和材料

- 4.7.2.1 乙腈[75-05-8]:色谱纯。
- 4.7.2.2 水:符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.7.3 仪器设备

- 4.7.3.1 高效液相色谱仪:应符合 GB/T 16631 的规定。
- 4.7.3.2 检测器:紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。
- 4.7.3.3 色谱柱:固定相为 C18, 粒径 5 μ m,长为 250 mm,内径为 4.6 mm,或相等柱效的色谱柱。
- 4.7.3.4 色谱工作站。
- 4.7.3.5 微量注射器:20 μ L。

4.7.3.6 流动相过滤装置。

4.7.3.7 超声波清洗器。

4.7.4 色谱试验条件

色谱试验条件如表 2 所示。

表 2 色谱试验条件

流动相/(体积比)	乙腈：水=80：20
流速/(mL/min)	1.0
柱温/℃	40
进样体积/ μ L	10
检测波长/nm	254
定量方法	面积归一法
注：上述试验条件中参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的试验参数做适当的调整，以获得最佳效果。	

4.7.5 试验步骤

4.7.5.1 流动相的配制

按色谱试验条件要求配制流动相，用孔径为 0.45 μ m 的滤膜真空过滤，用超声波清洗器脱气，备用。

4.7.5.2 样品溶液制备

称取防焦剂 CTP 样品约 0.01 g，精确至 0.000 1 g，置于 25 mL 容量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.7.5.3 样品测定

按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器吸入样品溶液 10 μ L，注入液相色谱仪，记录色谱图。分析结束后，色谱工作站按面积归一法计算结果。

4.7.5.4 结果计算

防焦剂 CTP 的纯度以质量分数 w_2 计，按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A ——防焦剂 CTP 峰面积；

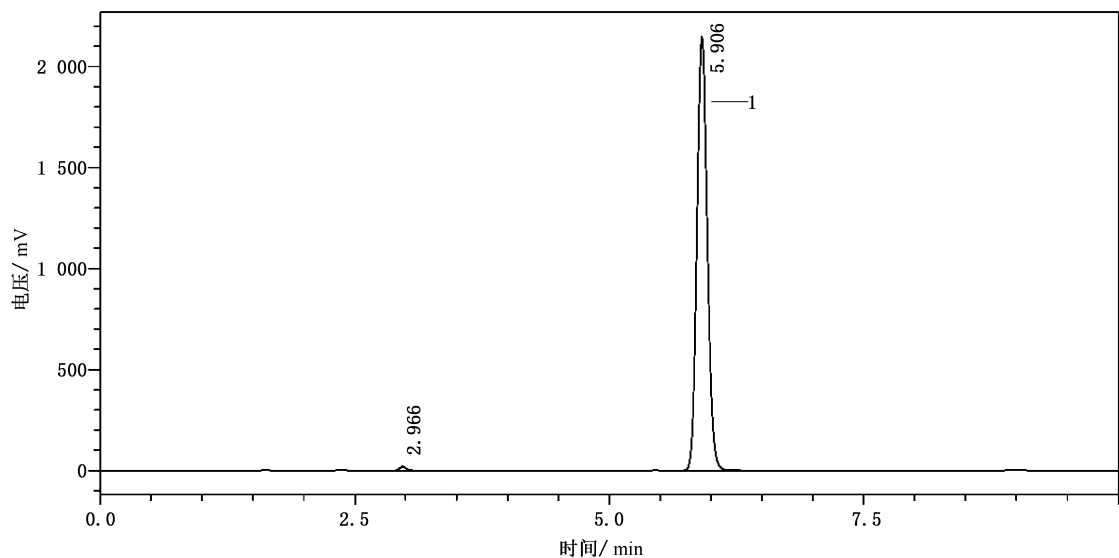
$\sum A_i$ ——各组分峰面积数值之和。

4.7.5.5 允许差

两个平行测定值的绝对差值不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.7.5.6 色谱图

典型色谱图见图 1。



说明：
1——防焦剂 CTP。

图 1 防焦剂 CTP 典型色谱图

5 检验规则

5.1 检验分类

5.1.1 出厂检验

表 1 中 1~5 项为出厂检验项目。

5.1.2 型式检验

表 1 中全部检验项目为型式检验项目。
正常生产的情况下，每半年应至少进行一次型式检验。在有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后重新恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

5.2 组批规则

本产品以同一生产周期生产的均匀产品为一批。

5.3 采样

按 GB/T 6679 的规定采样，以批为单位采样。采样量不少于 100 g，分装于两个清洁干燥的磨口瓶（塑料袋）中，密封；瓶（袋）上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样人等，一瓶（袋）供出厂检验，另一瓶（袋）保存以备复查。

5.4 合格判定

本产品出厂检验结果全部符合表 1 的要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若有一项指

标不符合表 1 要求时,应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进行全项目复检,复检结果即使只有一项指标不符合表 1 的要求,则判定该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的包装上应印有明显、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、净含量及符合 GB/T 191—2008 的规定,标明:“怕晒”“怕雨”图示标志。

6.2 包装

本产品应用纸板桶或复膜纸袋包装。每桶或袋净含量 20 kg 或 25 kg。也可根据用户要求采取其他包装方式。

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、生产厂名称、批号、生产日期,以及 5.1 规定检验项目的检验数据等。

6.3 运输

本产品可采用一般运输工具运输,运输时要避免日晒、雨淋,在搬运时轻装、轻卸。

6.4 贮存

本产品应贮存在干燥的库房内,离墙壁的距离应大于 0.5 m。不应放置于上下水或暖气设备近旁,以防潮湿或变质,不能靠近火源。

本产品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 12 个月。

附 录 A
(资料性附录)
安 全

- A.1 防焦剂 CTP 有一定毒性,吞咽有害,可能造成皮肤过敏反应。避免释放到环境中。
- A.2 眼睛接触:立即提起眼睑,用流动清水冲洗至少 15 min,并马上就医。
- A.3 皮肤接触:立即用大量肥皂和水清洗,处理后要彻底清洗双手。
- A.4 吸入:将受害人移至空气新鲜处,并保持呼吸通畅,休息。若感不适请立即就医。误食:漱口,如有症状马上就医。
- A.5 消防器具:作业时应按相关规定配备各种灭火设备。灭火时应采用干粉、泡沫、雾状水或二氧化碳等灭火剂灭火。
- A.6 泄漏应急处理:用笞帚、铲子或吸尘器收集于干燥、洁净、密闭的容器中。
- A.7 防护措施:操作时应戴防护手套、安全防护镜等。
-