**《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》行业标准**

**编制说明**

**编制单位： 安徽圣奥化学科技有限公司**

**编制日期： 二零一六年九月**

**《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》行业标准编制说明**

**一、工作简介**

**1.1任务来源**

依据工信厅科【2015】182号文“工业与信息化部办公厅关于印发2015年第一批行业标准制修订计划的通知”，行业标准《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》计划编号为[2015-0157T-AH](http://219.239.107.155:8080/TaskBook.aspx?id=AHCPZT01652015)，《硫化促进剂N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》行业标准的负责起草单位为安徽圣奥化学科技有限公司，参加起草单位为相关生产厂，技术归口单位为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。该项标准完成时间为2016年。

**1.2产品概况**

硫化促进剂TBSI是一种伯胺类次磺酰胺橡胶硫化促进剂——通用型促进剂，可广泛用于天然橡胶、顺丁橡胶、异戊橡胶、丁苯橡胶等，尤其适用于碱性较强的炉法炭黑胶料，具有良好的储存稳定性，活性大于目前广泛使用的硫化促进剂CBS、NOBS等，且在橡胶加工时不会产生N-亚硝胺。

橡胶硫化促进剂TBSI还具有以下优点：1）耐焦烧性能好，硫化速度平稳，可取代常用的含有仲胺基团的次磺酰胺类促进剂，还可取代传统的硫化促进剂TBBS和防焦剂CTP的复合体；2）遇水稳定，易于贮藏。传统的次磺酰胺类促进剂在贮藏期间容易水解，放出有机胺，而促进剂TBSI即使在长期高温、高湿的贮藏条件下也可长期贮藏；3）与传统的次磺酰胺类促进剂相比，促进剂TBSI能使硫化天然胶的抗硫化返原性和空气老化稳定性提高，在延长过分硫化和高温硫化时，在保留产品物理性质和能力上有所改进；4）促进剂TBSI在橡胶与镀铜钢丝粘结的化合物中，有良好的性能，因此这类硫化促进剂特别适用于高度不饱和的聚合物。

**二、标准制定的意义**

随着环保理念的不断深入人心，易产生亚硝胺致癌类促进剂NOBS、TMTD、DIBS、DZ逐步被淘汰。促进剂TBSI是一种伯胺类次磺酰胺橡胶硫化通用型促进剂，在橡胶硫化时不产生亚硝胺的危险，又可以取代另一种伯胺类促进剂TBBS和防焦剂CTP的复合体而单一使用，发展前景广阔。

橡胶助剂是橡胶工业重要的辅助原料，对改善橡胶加工工艺、提高产品质量起到重要的作用，随着我国交通运输业、采矿业、航空航天、农业机械化的发展，对不同环境和条件下使用的橡胶制品和车辆轮胎提出了更高的要求，刺激和带动了我国橡胶助剂的生产与发展，品种与质量大幅度提高。目前促进剂全球产量超过50万吨，国内橡胶助剂生产与应用主要集中在一些通用和传统品种上，对新品种开发与生产较少。硫化促进剂TBSI在国内的用量还不是很大，但由于它具有优越的使用性能，可能成为次磺酰胺硫化促进剂中很有发展前途的产品。圣奥公司、阳谷华泰公司、濮阳蔚林公司等成功开发该产品新技术，打破国外对该产品垄断，为我国橡胶行业专、特、精产品做出贡献。

**三、标准制定的简要过程**

2016年3月初化学助剂分委会向国内相关生产单位发出该项行业标准制定工作的调查函5封，收到回函4封，它们是安徽圣奥化学科技有限公司、阳谷华泰化工股份有限公司、鹤壁联昊化工股份有限公司、濮阳蔚林化工股份有限公司，收集到企业标准汇总见表1。从硫化促进剂TBSI四家企标可看出各家企标的检测项目均为外观、初熔点（熔点）、纯度（HPLC法）、加热减量、灰分、筛余物，其中濮阳蔚林没有对纯度作要求。本次行业标准制定将对行标的检测项目及试验方法进行统一。

2016年6月在山西省太原市召开了硫化促进剂TBSI 行业标准制定工作会议，到会的企业和专家就标准制定工作方案中的采标依据、控制项目和试验方法的确定展开充分讨论，会议最终确定了本标准检测项目、试验方法及各阶段工作进度要求。并决定由安徽圣奥化学科技有限公司、山东阳谷华泰化工股份有限公司、鹤壁元昊化工有限公司、濮阳蔚林化工股份有限公司共同参与行业标准制定的验证工作。

会议结束后，各单位随即启动相关项目工作，先后分发统一样品A、B、C及两次标样，通过四家参与单位及化学助剂分会共同验证。即统一样品的验证和20批次各生产企业累积数据试验工作，在上述工作完成后，9月底由安徽圣奥化学科技有限公司和化学助剂分会共同完成本行业标准（征求意见稿）和标准编制说明的编写，提交化学助剂分委会。10月份在化学助剂分委会委员单位和相关的生产单位征求意见， 准备11月份提交化学助剂分委会2016年年会审查。

**表1 、《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》企标汇总表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **单位**  **项目** | **安徽圣奥化学科技有限公司** | | **山东省地方标准（阳谷华泰）** | | **鹤壁元昊化工股份有限公司** | | **濮阳蔚林化工股份有限公司** | |
| **指 标** | **试验方法** | **指 标** | **试样方法** | **粉料/颗粒** | **试样方法** | **指 标** | **试验方法** |
| **外 观** | 白色粉末 | 在自然光线下目测 | 白色或淡黄褐色粉末 | 目测 | 淡黄色色粉末/淡黄色颗粒 | 目测 | 黄色或淡棕色粉末 | 目测 |
| **初熔点，℃** | 128.0～140.0  （熔点） | GB/T11409中3.1 | 128.0  （初熔点） | GB/T11409中3.1 | 128.0/128.0  （初熔点） |  | 128.0  （初熔点） | 仪器法  YRT-3 |
| **加热减量 . %** | 0.50 | GB/T11409中3.4  试验温度：  65℃～70℃  试样量：2g，  加热时间：3h | 0.50 | GB/T11409中3.4  试验温度：  （70±2℃）3g  加热时间：2h, | 0.30 | GB/T11409中3.4  试验温度：  65℃～70℃ | 0.50 | 自编.  试验温度：  65℃～70℃  试样量：3.0±0.2g，  加热时间：2h, |
| **灰分**  **. %** | 0.50 | GB/T11409中3.7  试验温度：  （550±25℃）.  试样量：1.5～2.0g,  加热时间：2h | 0.50 | GB/T11409中3.7  试验温度：  （750±25℃）.  试样量：3g,  加热时间：2h, | 0.50 | GB/T11409中3.7  试验温度：  （750±25℃）.  试样量：3g | 0.50 | GB/T11409中3.7  试验温度：  （750±25℃）.  试样量：3±0.2g,  加热时间：2h |
| **筛余物 %** | 0.30  (200目  75μm) | GB/T11409中3.5. | 0.10  （149μm） | GB/T11409中3.5.2干法. | 0.30/—— | GB/T11409中3.5. | 0.50  （150μm） | GB/T11409中3.5.2干法. |
| **纯度（HPLC、外标法），%** | 87.5 | ＨＰＬＣ法  见附件一 | 87.5  有效成分 | ＨＰＬＣ法  见附件二 | — | ＨＰＬＣ法  见附件三 | —— | —— |

**四、标准采标情况说明**

本标准在制定过程中未查到对应的国际标准和国外先进标准，查到美国伊士曼公司Santo flex TBSI产品标准。根据产品的市场占用率和客户要求，结合企业采标情况，本标准采标依据为伊士曼公司产品质量规格（见表2）。

**表2 硫化促进剂TBSI行标同国外公司质量规格对比表**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **项 目** | **本 标 准 指 标** | **伊士曼公司质量规格** |
| (1)外观 | 白色粉末 | Off white |
| (2)纯度/% ≥ | 87.50 | 87.5 |
| (3)加热减量/% ≤ | 0.50 | 0.50 |
| (4)灰分/% ≤ | 0.50 | 0.50 |
| (5)筛余物（150μm）/ % ≤ | 0,10 | 0.1 |
| (6)初熔点/℃ ≥ | 128.0 | 128 |

**五、标准制定的主要内容和依据**

**5.1编写格式**

本标准按GB/T 1.1-2009 《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》给出的规则编写。

**5.2 标准名称**

GB/T21871-2008《橡胶配合剂 缩略语》中没有该产品的名称，而ISO 6472：2010中有该产品的说略语，简称委硫化促进剂TBSI，所以本次起草标准时，采用《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》标准名称。

**5.3标准检测项目**

依据GB/T 11409—2008 《橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法》，结合国内外产品标准及公司产品规格，确定检测项目为；外观、纯度（HPLC法）、加热减量、灰分、筛余物、初熔点六项指标。具体见表3。

**5.4 试验方法**

**5.4.1 外观的测定**

在自然光线下采用目视评定

**5.4.2 纯度**

依据GB/T 16631-2008 高效液相色谱法通则，按要求试验，根据样品特点，确定最佳分析条件。分析方法和条件见标准征求稿。

**5.4.3 加热减量**

按GB/T 11409—2008中3.4的规定进行，应符合本标准表1的规定。电热恒温干燥箱的温度控制在70℃±2 ℃，试样量约3 g，精确至0.1 mg，干燥时间2h。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.04 ％，取其算术平均值作为测定结果。

**5.4.4 灰分**

按GB/T 11409—2008中3.7的规定进行，应符合本标准表1的规定。高温炉的温度控制在750℃±25℃，试样量约3 g，精确至0.1 mg，灼烧时间2 h。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.04 ％，取其算术平均值作为测定结果。

**5.4.5 筛余物**

按GB/T 11409-2008中的3.5.2干法规定进行，应符合本标准表1的规定。试验筛规格：Φ200mm×50mm/0.150mm， 150μm（100目）。两次平行测定结果之绝对差值不大于0.04%，取其算术平均值作为测定结果。

**5.4.6 初熔点**

按GB/T 11409 中3.1规定方法进行，平行测定两个结果的绝对差值不应大于0.5℃，以平行测定两个结果的算术平均值为试样的初熔点。

**5.5 标准指标的确定**

根据国内外产品的技术指标，征求用户意见，经过统一的样品试验验证，各参加试验单位连续20批次的全部检测项目的累积数据试验结果（见附表1、附表2）确定《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》的技术指标见表3

**表3** 硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》

**的质量要求**

|  |  |
| --- | --- |
| **项 目** | **指标标准** |
| (1)外观 | 白色粉末 |
| (2)纯度/% ≥ | 87.50 |
| (3)加热减量/% ≤ | 0.50 |
| (4)灰分/% ≤ | 0.50 |
| (5)筛余物（150μm）/% ≤ | 0.1 |
| (6)初熔点/℃ ≥ | 128 |

**5.6 采样**

以批为单位按GB/T 6679—2003的规定采样；取样量不少于500g，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、型号、批号、采样日期、采样人等，一瓶（袋）供检验部门检验，另一瓶（袋）保存备查。

**5.7 检验规则**

本标准检验规则分为出厂检验，组批规则，采样，合格判定。

**6、标准属性**

本标准属行业推荐标准

**7、标准评价**

由表2可见，国内标准于国外先进国家的标准基本一致，本标准达到国际先进水平。

**8、知识产权**

本标准所有技术指标及检验方法均未涉及专利问题。

**9、与其他法律法规的协调性**

本标准未涉及国内相关的法律法规

**10、贯彻标准的要求和措施。**

制定“硫化促进剂TBSI ”的行业标准，用户以此作为验收标准，企业依据此标准组织生产，可降低对国外产品的依赖，有利于提升我国自主创新技术产品的国际竞争力，增强我国橡胶工业的整体竞争力。

建议技术归口单位在标准推出后，及时组织生产企业和用户学习和宣贯本标准，为标准宣贯实施做好指导和服务工作。

“硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）”

行业标准编写组

**二零一六年九月**

附表1—1

**《硫化促进剂TBSI》累积试验数据表**

试验单位：安徽圣奥化学科技有限公司 试验方法：见本方案

试验日期：2016年8月30日

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目  批次 | 外观 | 纯度，% | 加热减量，% | 灰分，% | 初熔点 ℃ | 筛余物，% |
| 1 | 白色粉末 | 92.19 | 0.13 | 0.02 | 128.3 | 0.07 |
| 2 | 白色粉末 | 92.87 | 0.08 | 0.04 | 128.4 | 0.09 |
| 3 | 白色粉末 | 93.09 | 0.10 | 0.03 | 129.1 | 0.07 |
| 4 | 白色粉末 | 91.32 | 0.09 | 0.04 | 128.2 | 0.10 |
| 5 | 白色粉末 | 91.81 | 0.10 | 0.04 | 128.5 | 0.10 |
| 6 | 白色粉末 | 93.58 | 0.11 | 0.04 | 129.0 | 0.08 |
| 7 | 白色粉末 | 92.58 | 0.12 | 0.03 | 128.5 | 0.09 |
| 8 | 白色粉末 | 93.41 | 0.09 | 0.03 | 128.7 | 0.09 |
| 9 | 白色粉末 | 94.19 | 0.11 | 0.02 | 128.3 | 0.08 |
| 10 | 白色粉末 | 91.97 | 0.10 | 0.02 | 128.2 | 0.09 |
| 11 | 白色粉末 | 93.59 | 0.10 | 0.02 | 128.3 | 0.09 |
| 12 | 白色粉末 | 94.26 | 0.06 | 0.03 | 128.6 | 0.08 |
| 13 | 白色粉末 | 93.85 | 0.10 | 0.03 | 128.1 | 0.08 |
| 14 | 白色粉末 | 92.92 | 0.08 | 0.03 | 129.0 | 0.09 |
| 15 | 白色粉末 | 92.16 | 0.11 | 0.04 | 128.4 | 0.10 |
| 16 | 白色粉末 | 93.40 | 0.10 | 0.02 | 128.6 | 0.08 |
| 17 | 白色粉末 | 93.40 | 0.09 | 0.04 | 128.4 | 0.09 |
| 18 | 白色粉末 | 92.93 | 0.10 | 0.03 | 128.6 | 0.10 |
| 19 | 白色粉末 | 93.38 | 0.07 | 0.02 | 128.4 | 0.08 |
| 20 | 白色粉末 | 92.10 | 0.09 | 0.03 | 128.4 | 0.08 |

分析人员（签字）： 质检负责人（签字盖章）：李平华

**附表1=2 《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》累 积 试 验 数 据 表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **项目wps21A平行**  **wps21B 批次** | **外观** | **初熔点，**  **℃** | | **加热减量**  **（70±2）℃（％）** | | **灰 分**  **（750±25）℃**  **（%）** | | **筛余物**  **150μm，%** | | **纯度**  **（HPLC/外标法）（%）** | |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| 1 | 淡黄色粉末 | 137.8 | 137.6 | 0.09 | 0.11 | 0.25 | 0.24 | 0.05 | 0.05 | 97.44 | 97.65 |
| 2 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.1 | 0.09 | 0.10 | 0.23 | 0.24 | 0.05 | 0.05 | 97.78 | 97.89 |
| 3 | 淡黄色粉末 | 136.4 | 136.6 | 0.06 | 0.08 | 0.24 | 0.23 | 0.06 | 0.04 | 97.89 | 97.56 |
| 4 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.3 | 0.09 | 0.07 | 0.23 | 0.22 | 0.05 | 0.06 | 97.97 | 97.91 |
| 5 | 淡黄色粉末 | 137.7 | 137.7 | 0.08 | 0.08 | 0.21 | 0.21 | 0.05 | 0.05 | 98.04 | 98.15 |
| 6 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.2 | 0.11 | 0.10 | 0.20 | 0.18 | 0.05 | 0.05 | 98.02 | 97.98 |
| 7 | 淡黄色粉末 | 137.9 | 137.8 | 0.09 | 0.10 | 0.15 | 0.13 | 0.06 | 0.06 | 98.40 | 98.19 |
| 8 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.2 | 0.10 | 0.09 | 0.17 | 0.19 | 0.06 | 0.05 | 98.26 | 98.19 |
| 9 | 淡黄色粉末 | 138.2 | 138.3 | 0.10 | 0.10 | 0.15 | 0.15 | 0.04 | 0.05 | 97.93 | 98.11 |
| 1 0 | 淡黄色粉末 | 137.5 | 137.5 | 0.13 | 0.13 | 0.15 | 0.16 | 0.05 | 0.06 | 97.12 | 97.33 |
| 1 1 | 淡黄色粉末 | 137.9 | 137.9 | 0.12 | 0.2 | 0.16 | 0.16 | 0.05 | 0.04 | 96.37 | 96.58 |
| 1 2 | 淡黄色粉末 | 138.1 | 138.3 | 0.11 | 0.13 | 0.21 | 0.21 | 0.05 | 0.06 | 98.17 | 97.99 |
| 1 3 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.2 | 0.10 | 0.11 | 0.15 | 0.14 | 0.04 | 0.05 | 97.93 | 98.12 |
| 1 4 | 淡黄色粉末 | 137.5 | 137.5 | 0.09 | 0.09 | 0.21 | 0.20 | 0.08 | 0.07 | 96.51 | 96.47 |
| 1 5 | 淡黄色粉末 | 137.7 | 137.7 | 0.10 | 0.11 | 0.20 | 0.22 | 0.06 | 0.05 | 98.21 | 97.96 |
| 1 6 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.0 | 0.13 | 0.12 | 0.21 | 0.21 | 0.06 | 0.05 | 96.66 | 96.65 |
| 1 7 | 淡黄色粉末 | 137.5 | 137.5 | 0.10 | 0.10 | 0.16 | 0.17 | 0.08 | 0.07 | 97.77 | 97.89 |
| 1 8 | 淡黄色粉末 | 137.9 | 137.9 | 0.10 | 0.08 | 0.24 | 0.22 | 0.07 | 0.04 | 98.52 | 98.36 |
| 1 9 | 淡黄色粉末 | 138.0 | 138.1 | 0.07 | 0.07 | 0.26 | 0.25 | 0.06 | 0.06 | 98.07 | 97.91 |
| 2 0 | 淡黄色粉末 | 138.2 | 138.4 | 0.13 | 0.12 | 0.17 | 0.16 | 0.06 | 0.05 | 98.02 | 97.85 |

**试验单位：山东阳谷华泰化工股份有限公司 试验方法：见本方案 试验日期:：20416.10.08**

分析人员（签字）王康丽、赵菲菲 质检负责人（签字、盖章）张新凤

附表1—3 **《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》累积试验数据表**

试验单位：鹤壁元昊化工股份有限公司 试验方法：见本方案

试验日期：2016年8月30日

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目  批次 | 外观 | 纯度，% | 加热减量，% | 灰分，% | 筛余物，% | 初熔点 ℃ |
| 1 | 白色粉末 |  | 0.05 | 0.07 | 0.04 | 128.3 |
| 2 | 白色粉末 |  | 0.04 | 0.06 | 0.04 | 128.6 |
| 3 | 白色粉末 |  | 0.06 | 0.25 | 0.05 | 128.3 |
| 4 | 白色粉末 |  | 0.08 | 0.08 | 0.05 | 128.3 |
| 5 | 白色粉末 |  | 0.16 | 0.03 | 0.04 | 128.5 |
| 6 | 白色粉末 |  | 0.07 | 0.06 | 0.04 | 128.4 |
| 7 | 白色粉末 |  | 0.08 | 0.06 | 0.05 | 128.0 |
| 8 | 白色粉末 |  | 0.04 | 0.05 | 0.04 | 128.4 |
| 9 | 白色粉末 |  | 0.04 | 0.05 | 0.05 | 128.5 |
| 10 | 白色粉末 |  | 0.05 | 0.17 | 0.05 | 128.5 |
| 11 | 白色粉末 |  | 0.04 | 0.15 | 0.05 | 128.6 |
| 12 | 白色粉末 |  | 0.08 | 0.08 | 0.04 | 128.5 |
| 13 | 白色粉末 |  | 0.09 | 0.08 | 0.04 | 128.4 |
| 14 | 白色粉末 |  | 0.08 | 0.18 | 0.05 | 128.3 |
| 15 | 白色粉末 |  | 0.04 | 0.07 | 0.04 | 128.5 |
| 16 | 白色粉末 |  | 0.08 | 0.08 | 0.05 | 128.5 |
| 17 | 白色粉末 |  | 0.08 | 0.04 | 0.05 | 128.6 |
| 18 | 白色粉末 |  | 0.11 | 0.04 | 0.03 | 128.8 |
| 19 | 白色粉末 |  | 0.06 | 0.12 | 0.05 | 128.9 |
| 20 | 白色粉末 |  | 0.05 | 0.10 | 0.04 | 129.2 |

分析人员（签字）： 质检负责人（签字盖章）：

附表1—4 **《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》 累积试验数据表**

试验单位：濮阳蔚林化工股份有限公司 试验方法：见本方案

试验日期：2016年7月

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目  批次 | 外观 | 初熔点 ℃ | | 加热减量，% | | 灰分，% | | 筛余物，% | | 纯度，% |
|  | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |  |
| 1 | 淡黄色粉末 | 130.8 | 130.6 | 0.32 | 0.31 | 0.26 | 0.24 | 0.05 | 0.06 |  |
| 2 | 淡黄色粉末 | 131.4 | 131.2 | 0.27 | 0.25 | 0.23 | 0.24 | 0.04 | 0.04 |  |
| 3 | 淡黄色粉末 | 130.5 | 130.3 | 0.24 | 0.25 | 0.24 | 0.25 | 0.04 | 0.05 |  |
| 4 | 淡黄色粉末 | 130.1 | 130.4 | 0.25 | 0.24 | 0.21 | 0.20 | 0.05 | 0.05 |  |
| 5 | 淡黄色粉末 | 131.3 | 131.4 | 0.24 | 0.25 | 0.23 | 0.22 | 0.05 | 0.04 |  |
| 6 | 淡黄色粉末 | 130.4 | 130.3 | 0.22 | 0.23 | 0.20 | 0.22 | 0.06 | 0.05 |  |
| 7 | 淡黄色粉末 | 130.6 | 130.3 | 0.24 | 0.23 | 0.24 | 0.25 | 0.05 | 0.07 |  |
| 8 | 淡黄色粉末 | 131.1 | 131.2 | 0.25 | 0.26 | 0.22 | 0.23 | 0.05 | 0.06 |  |
| 9 | 淡黄色粉末 | 131.3 | 131.5 | 0.23 | 0.24 | 0.22 | 0.24 | 0.04 | 0.04 |  |
| 10 | 淡黄色粉末 | 130.5 | 130.3 | 0.24 | 0.23 | 0.20 | 0.18 | 0.04 | 0.03 |  |
| 11 | 淡黄色粉末 | 130.2 | 130.2 | 0.24 | 0.26 | 0.22 | 0.21 | 0.05 | 0.05 |  |
| 12 | 淡黄色粉末 | 130.5 | 130.3 | 0.23 | 0.24 | 0.20 | 0.20 | 0.04 | 0.04 |  |
| 13 | 淡黄色粉末 | 131.2 | 131.3 | 0.22 | 0.23 | 0.19 | 0.20 | 0.05 | 0.04 |  |
| 14 | 淡黄色粉末 | 131.5 | 131.3 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.24 | 0.04 | 0.03 |  |
| 15 | 淡黄色粉末 | 132.0 | 132.2 | 0.25 | 0.24 | 0.19 | 0.20 | 0.03 | 0.04 |  |
| 16 | 淡黄色粉末 | 130.6 | 130.7 | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.25 | 0.04 | 0.04 |  |
| 17 | 淡黄色粉末 | 130.3 | 130.6 | 0.19 | 0.19 | 0.23 | 0.24 | 0.1 | 0.05 |  |
| 18 | 淡黄色粉末 | 130.5 | 130.7 | 0.20 | 0.20 | 0.22 | 0.23 | 0.04 | 0.05 |  |
| 19 | 淡黄色粉末 | 130.3 | 130.4 | 0.23 | 0.24 | 0.20 | 0.21 | 0.05 | 0.04 |  |
| 20 | 淡黄色粉末 | 130.7 | 130.6 | 0.24 | 0.24 | 0.22 | 0.21 | 0.04 | 0.04 |  |

分析人员（签字）：霍艳玲、张社可、张崇宾 质检负责人（签字盖章）程凤霞：

**附表2—1 《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》统一样品验证试验数据表**

**试验单位：安徽圣奥化学科技有限公司 试验方法：见本方案 试验日期：2016年9月 18日**

**分析人员（签字）： 质检负责人（签字）： 李平华、**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样 品**  wps1B6  **平 行**  wps1B6  **项 目** | **A** | | **B** | | **C** | | |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | |
| **外观** | **米黄色粉末** | | **白色粉末** | | **白色粉末** | | |
| **初熔点 ℃** | 128.6 | 128.6 | 128.8 | 128.8 | 128.9 | | 128.9 |
| **加热减量**  **（70±2℃） %** | 0.36 | 0.35 | 0.17 | 0.18 | 0.06 | | 0.06 |
| **灰分（750±25℃）， %** | 1.06 | 1.04 | 0.07 | 0.07 | 0.06 | | 0.06 |
| **筛余物（**Φ200mm×50mm/0.150mm  **GB/T 6003.1-2012）， 150μm ，%** | 0.70 | 0.69 | 0.07 | 0.07 | 0.06 | | 0.06 |
| **纯度（HPLC/外标法） %** | 87.51 | 87.73 | 93.76 | 93.65 | 95.75 | | 95.64 |

**附表2—2 《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》统一样品验证试验数据表**

**试验单位：山东阳谷华泰化工股份有限公司 试验方法：见本方案 试验日期：2016年9月 18日**

**分析人员（签字）：王康丽、刘燕青 质检负责人（签字、盖章）：张新凤**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样 品**  wps1B6  **平 行**  wps1B6  **项 目** | **A** | | **B** | | **C** | |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| **外观** | **棕色粉末** | | **白色粉末** | | **淡黄色粉末** | |
| **初熔点 ℃** | **131.0** | **130.8** | **131.2** | **131.5** | **138.2** | **138.4** |
| **加热减量**  **（70±2℃） %** | **0.34** | **0.38** | **0.13** | **0.18** | **0.05** | **0.08** |
| **灰分（750±25℃）， %** | **0.37** | **0.40** | **0.13** | **0.11** | **0.17** | **0.18** |
| **筛余物（**Φ200mm×50mm/0.150mm  **GB/T 6003.1-2012）， 150μm ，%** | **0.027** | **0.028** | **0.025** | **0.026** | **0.008** | **0.008** |
| **纯度（HPLC/外标法） %** | **89.67** | **89.59** | **96.51** | **96.56** | **97.14** | **97.18** |

**说明：纯度圣奥方法测定。**

**附表2—3 《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》统一样品验证试验数据表**

**试验单位： 鹤壁元昊化工有限公司 试验方法：见本方案 试验日期：2016年9月 18日**

**分析人员（签字）： 质检负责人（签字、盖章）：**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样 品**  wps1B6  **平 行**  wps1B6  **项 目** | **A** | | **B** | | **C** | |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| **外观** | **棕色粉末** | | **白色粉末** | | **淡黄色粉末** | |
| **初熔点 ℃** | **131.9** | **131.8** | **135.6** | **135.7** | **141.6** | **141.6** |
| **加热减量**  **（70±2℃） %** | **0.22** | **0.22** | **0.10** | **0.09** | **0.03** | **0.03** |
| **灰分（750±25℃）， %** | **0.29** | **0.29** | **0.09** | **0.09** | **0.13** | **0.13** |
| **筛余物（**Φ200mm×50mm/0.150mm  **GB/T 6003.1-2012）， 150μm ，%** | **1.71** | **1.70** | **0.07** | **0.07** | **0.07** | **0.07** |
| **纯度（HPLC/外标法） %** |  |  |  |  |  |  |

**附表2—4 《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》统一样品验证试验数据表**

**试验单位： 濮阳蔚林化工股份有限公司 试验方法：见本方案 试验日期：2016年9月 18日**

**分析人员（签字）：翟艳玲、张崇宾 质检负责人（签字、盖章）：程凤霞**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **样 品**  wps1B6  **平 行**  wps1B6  **项 目** | **A** | | **B** | | **C** | |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| **外观** | **淡棕色粉末** | | **淡棕色粉末** | | **淡黄色粉末** | |
| **初熔点 ℃** | 131.4 | 131.2 | 131.6 | 131.8 | 139.2 | 139.5 |
| **加热减量**  **（70±2℃） %** | 0.33 | 0.32 | 0.16 | 0.16 | 0.06 | 0.05 |
| **灰分（750±25℃）， %** | 0.33 | 0.29 | 0.07 | 0.06 | 0.12 | 0.10 |
| **筛余物（**Φ200mm×50mm/0.150mm  **GB/T 6003.1-2012）， 150μm ，%** | 0.04 | 0.04 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 |
| **纯度（HPLC/外标法） %** |  |  |  |  |  |  |

附表3  **《硫化促进剂 N-叔丁基-双（2-苯并噻唑次磺酰胺）（TBSI）》统一样品验证试验数据汇总表**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | **检测项目** | **安徽圣奥** | | **阳谷华泰** | | **濮阳蔚林** | | **鹤壁元昊** | |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| **AA** | **外观** | **淡棕色粉末** | | **棕色粉末** | | **淡棕色粉末** | | **棕色粉末** | |
| **初熔点** | 128.6 | 128.6 | **131.0** | **130.8** | 131.4 | 131.2 | **131.9** | **131.8** |
| **加热减量** | 0.36 | 0.35 | **0.34** | **0.38** | 0.33 | 0.32 | **0.22** | **0.22** |
| **灰分，** | 1.06 | 1.04 | **0.37** | **0.40** | 0.33 | 0.29 | **0.29** | **0.29** |
| **筛余物** | 0.70 | 0.69 | **0.027** | **0.028** | 0.04 | 0.04 | **1.71** | **1.70** |
| **纯度** | 87.51 | 87.73 | **89.67** | **89.59** |  |  |  |  |
| **AB** | **外观** | **白色粉末** | | **白色粉末** | | **淡棕色粉末** | | **白色粉末** | |
| **初熔点** | 128.8 | 128.8 | **131.2** | **131.5** | 131.6 | 131.8 | **135.6** | **135.7** |
| **加热减量** | 0.17 | 0.18 | **0.13** | **0.18** | 0.16 | 0.16 | **0.10** | **0.09** |
| **灰分，** | 0.07 | 0.07 | **0.13** | **0.11** | 0.07 | 0.06 | **0.09** | **0.09** |
| **筛余物** | 0.07 | 0.07 | **0.025** | **0.026** | 0.03 | 0.03 | **0.07** | **0.07** |
| **纯度** | 93.76 | 93.65 | **96.51** | **96.56** |  |  |  |  |
| **AC** | **外观** | **白色粉末** | | **淡黄色粉末** | | **淡黄色粉末** | | **淡黄色粉末** | |
| **初熔点** | 128.9 | 128.9 | **138.2** | **138.4** | 139.2 | 139.5 | **141.6** | **141.6** |
| **加热减量** | 0.06 | 0.06 | **0.05** | **0.08** | 0.06 | 0.05 | **0.03** | **0.03** |
| **灰分，** | 0.06 | 0.06 | **0.17** | **0.18** | 0.12 | 0.10 | **0.13** | **0.13** |
| **筛余物** | 0.06 | 0.06 | **0.008** | **0.008** | 0.03 | 0.03 | **0.07** | **0.07** |
| **纯度** | 95.75 | 95.64 | **97.14** | **97.18** |  |  |  |  |