

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3974—2019

代替 HG/T 3974—2007

---

### 抗 氧 剂 双(2,4-二叔丁基苯基)季戊四醇 二亚磷酸酯 (626)

Antioxidant bis(2,4-di-*tert*-butylphenol)pentaerythritol diphosphite (626)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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 HG/T 3974—2007《抗氧剂 626》。与 HG/T 3974—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称（见封面和首页，2007 年版的封面和首页）；
- 修改了主含量的技术指标（见表 1，2007 年版的表 1）；
- 增加了有效组分含量的试验方法和技术指标（见 4.5）；

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（SAC/TC35/SC12）归口。

本标准负责起草单位：山东省临沂市三丰化工有限公司、圣莱科特精细化工（上海）有限公司、营口风光新材料股份有限公司。

本标准参加起草单位：上海石化西尼尔化工科技有限公司、北京极易化工有限公司、青岛灏龙松原化工有限公司。

本标准主要起草人：刘明珍、刘菊香、李玥、钱龙云、杨明成。

本标准于 2007 年首次发布，本次为第一次修订。

## 抗 氧 剂

### 双(2,4-二叔丁基苯基)季戊四醇二亚磷酸酯 (626)

**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

本标准规定了抗氧剂双(2,4-二叔丁基苯基)季戊四醇二亚磷酸酯(简称抗氧剂 626)的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以 2,4-二叔丁基苯酚、季戊四醇与三氯化磷经取代反应制得的抗氧剂 626。

分子式： $C_{33}H_{50}O_6P_2$

结构式：



相对分子质量：604.71 (按 2016 年国际相对原子质量)

CAS RN: 26741-53-7

#### 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 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 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

#### 3 技术要求

抗氧剂 626 的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 抗氧剂 626 的技术要求

项 目	指 标	试验方法
外观	白色粉末或颗粒	4.2
熔点范围/℃	170.0~180.0	4.3
加热减量 (80℃±2℃)/%	≤ 1.0	4.4
酸值 (以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 1.0	4.5
游离 2,4-二叔丁基苯酚 (HPLC)/%	≤ 1.0	4.6
主含量 (HPLC)/%	≥ 96.0	4.6
有效组分含量/%	≥ 98.0	4.6
注：抗氧剂 626 通常含≤1%的抗水剂。		

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明，分析中所用标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备，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 修约值比较法的相关规定。

4.2 外观的测定

称取 50 g 样品，放在 30 cm×30 cm 的白色滤纸上，轻轻摊成约 20 cm×20 cm 的面积，在自然光下目测颜色、形状。

4.3 熔点范围的测定

按 GB/T 617—2006 中 4.2 的规定进行测定。

4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.4 的规定进行测定。称取样品 3.0 g~3.5 g，精确至 0.000 1 g。干燥温度 80℃±2℃，干燥时间 2 h。

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.02%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 酸值的测定

4.5.1 试剂

4.5.1.1 甲苯 [108-88-3]。

4.5.1.2 乙醇 (95%) [64-17-5]。

4.5.1.3 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.02\text{ mol/L}$ 。

用  $c(\text{KOH})=0.1\text{ mol/L}$  氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液稀释 5 倍。此溶液使用时配制，必要时重新标定。

4.5.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

#### 4.5.2 仪器设备

4.5.2.1 三角烧瓶：250 mL。

4.5.2.2 滴定管：容量 10 mL，精度为 0.05 mL。

4.5.2.3 量筒：50 mL。

#### 4.5.3 试验步骤

量取 50 mL 甲苯，置于三角烧瓶中，加入 5 滴酚酞指示液，用 0.02 mol/L 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至粉红色，加入 5 g 样品（精确至 0.05 g），溶解，用 0.02 mol/L 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至粉红色，记录第二次滴定消耗的体积数  $V$ 。

#### 4.5.4 结果计算

酸值以氢氧化钾（KOH）的质量分数  $X_1$  计，数值以毫克每克（mg/g）表示，按公式（1）计算：

$$X_1 = \frac{VcM}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——滴定样品消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=56.10$ ）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

#### 4.5.5 允许差

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.01 mg/g，取其算术平均值作为测定结果。

### 4.6 主含量、游离 2,4-二叔丁基苯酚及有效组分含量的测定

#### 4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 甲醇 [67-56-1]：色谱纯，使用时需真空过滤，滤膜孔径为 0.45  $\mu\text{m}$ 。

4.6.1.2 乙酸乙酯 [141-78-6]：色谱纯，使用时需真空过滤，滤膜孔径为 0.45  $\mu\text{m}$ 。

4.6.1.3 抗氧化剂 626 标样：纯度 $\geq 99.9\%$ ，制备方法参见附录 A。

4.6.1.4 抗氧化剂 168 标样：纯度 $\geq 99.9\%$ ，制备方法参见附录 A。

4.6.1.5 2,4-二叔丁基苯酚标样：纯度 $\geq 99.9\%$ 。

#### 4.6.2 仪器设备

4.6.2.1 色谱仪：配有紫外（UV）吸收检测器的高效液相色谱仪。

4.6.2.2 色谱工作站。

4.6.2.3 微量注射器：50  $\mu\text{L}$ 。

4.6.2.4 流动相过滤装置。

4.6.2.5 超声波清洗器。

4.6.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 的规定。

表 2 色谱操作条件

色谱柱填料	C <sub>18</sub> , 5 μm
柱规格/mm	Φ4.60×150
流动相	甲醇
柱温/℃	40
流速/(mL/min)	1.5
检测波长/nm	275
进样量/μL	10
操作时间/min	13
注：上述操作条件中的参数是典型的，可根据仪器不同选择最佳操作条件。	

4.6.4 试验步骤

4.6.4.1 标样溶液的配制

称取抗氧剂 626 标样 0.08 g~0.1 g，精确至 0.000 1 g；称取抗氧剂 168 标样 0.01 g~0.02 g，精确至 0.000 1 g；称取 2,4-二叔丁基苯酚标样 0.01 g~0.02 g，精确至 0.000 1 g。置于 50 mL 容量瓶中，加入 25 mL 乙酸乙酯使标样溶解完全，再加入甲醇至刻度，摇匀，超声脱气。

4.6.4.2 样品溶液的配制

称取样品 0.08 g~0.1 g，精确至 0.000 1 g。置于 50 mL 容量瓶中，加入 25 mL 乙酸乙酯使样品溶解完全，再加入甲醇至刻度，摇匀，超声脱气。

4.6.4.3 校正因子计算

校正因子  $f_i$  按公式 (2) 计算（不同仪器计算方法不同，可用仪器自动计算）：

$$f_i = \frac{m_i}{A_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

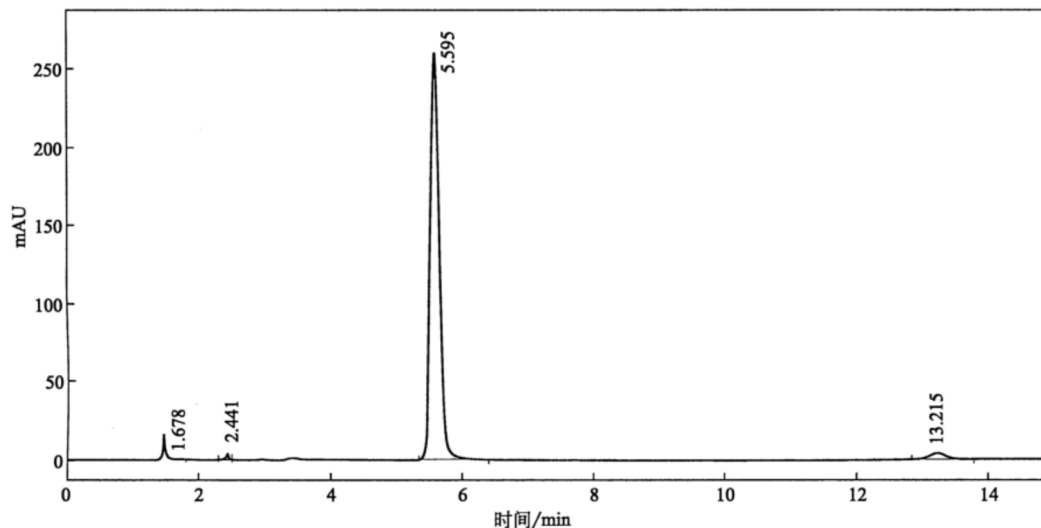
- $f_i$ ——标样组分中的校正因子；
- $m_i$ ——标样的质量；
- $A_i$ ——标准溶液标样的峰面积。

4.6.4.4 样品分析

按表 2 对色谱仪正确设置操作条件，色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，用自动进样器自动进样，或用 50 μL 微量注射器吸取约 50 μL 样品注入带有 10 μL 定量环的色谱仪中。

#### 4.6.4.5 典型色谱图

抗氧化剂 626 的典型色谱图见图 1。



说明：

1.678 min——游离 2,4-二叔丁基苯酚；

5.595 min——抗氧化剂 626；

13.215 min——抗氧化剂 168。

图 1 抗氧化剂 626 的典型色谱图

#### 4.6.5 结果计算

4.6.5.1 被测组分含量以质量分数  $X_s$  表示，按公式 (3) 计算：

$$X_s = \frac{f_s A_s}{\sum f_i A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$f_s$ ——样品中被测组分的校正因子；

$A_s$ ——样品中被测组分的峰面积；

$f_i$ ——样品中各组分的校正因子；

$A_i$ ——样品中各组分的峰面积。

其他未知组分的校正因子参照抗氧化剂 626 的校正因子。

4.6.5.2 有效组分含量以质量分数表示，按公式 (4) 计算：

$$\text{有效组分的质量分数} = \text{主含量的质量分数} + \text{抗氧化剂 168 的质量分数} \quad \dots\dots\dots (4)$$

#### 4.6.6 允许差

主含量的两个平行测定值的绝对差值不得大于 0.2%，游离 2,4-二叔丁基苯酚的两个平行测定值的绝对差值不得大于 0.02%，分别取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果。

## 5 检验规则

### 5.1 出厂检验

表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

### 5.2 组批规则

本产品以同一班次生产的均匀产品为一批。

### 5.3 采样

以批为单位,按 GB/T 6679 的规定采样,采样量不得少于 500 g,分装于两个清洁、干燥的容器中密闭保存,贴标签并注明生产厂名称、产品名称、采样日期、批号、采样人等,一个用于出厂检验,另一个保存以备复查。

### 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 的要求,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

本产品外包装上应有清晰、牢固的标志,内容包括:产品名称、标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期、批号、净含量等。并按 GB/T 191—2008 的规定标明“怕晒”“怕雨”等标志。

### 6.2 包装

抗氧剂 626 用铝箔袋为内包装,外包装用箱、袋、桶包装均可,必须封口,以免受潮。单件净含量为 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、标准编号、生产厂名称、批号、生产日期及 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,有防雨雪和防晒晒措施。

### 6.4 贮存

本产品应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内,并需下垫垫层,防止受潮。远离火源、强酸、强碱以及强氧化剂,温度不得高于 35 ℃。

本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 6 个月。



附 录 A  
(资料性附录)

抗氧剂 626、抗氧剂 168 标样制作方法

A.1 总则

本附录给出了用工业抗氧剂 626、抗氧剂 168 成品经多次结晶提纯制作抗氧剂 626、抗氧剂 168 色谱用标样的参考方法。所用溶剂均为经 0.5 μm 的多孔膜过滤的分析纯试剂，玻璃仪器必须是洁净、干燥的。

A.2 试剂配制

A.2.1 无水乙醇 [64-17-5]。

A.2.2 无水甲醇 [67-56-1]。

A.2.3 石油醚 [8032-32-4]。

A.3 仪器设备

A.3.1 恒温水浴锅：±1℃。

A.3.2 抽滤装置。

A.4 制作步骤

A.4.1 称取约 200 g 工业抗氧剂 626 或抗氧剂 168 成品，放入 1 000 mL 烧杯中，加入 200 mL 无水乙醇、300 mL 石油醚，放入 80℃ 的恒温水浴锅中，搅拌，溶解，待微沸后，立即用砂芯漏斗热过滤，用 100 mL 1:1 的无水甲醇和无水乙醇溶剂洗涤。

A.4.2 将上述湿品按 A.4.1 方法进行多次结晶，直至纯度达 99.9% 以上（高效液相色谱面积归一化法）。

A.4.3 样品经真空烘干后，测定其加热减量，抗氧剂 626 或抗氧剂 168 标样的实际含量按公式 (A.1) 计算。

$$\text{实际含量} = \text{纯度数值} \times (1 - \text{加热减量的数值}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

A.4.4 最后放入干净的玻璃瓶中，并注明名称、制作日期、实际含量。抗氧剂 168 标样的有效期为 1 个月，抗氧剂 626 标样的有效期为 10 天。