

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号:22274—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3975—2007

抗氧化剂 3114

Antioxidant 3114

2007-09-22 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是在收集国内外有关抗氧剂 3114 信息与生产企业标准基础上制定的。质量指标达到国外同类产品质量水平。测试方法与国际通用方法相一致。

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：宁波金海雅宝化工有限公司。

本标准参加起草单位：天津市力生化工有限公司。

本标准主要起草人：吴国华、于青春、陈志东、郭金波。

抗氧剂 3114

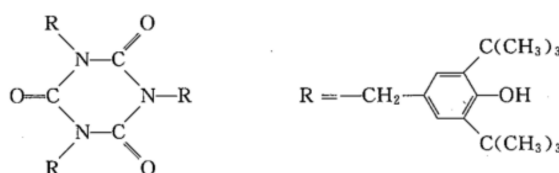
1 范围

本标准规定了 1,3,5-三(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)均三嗪-2,4,6-(1H,3H,5H)三酮(简称抗氧剂 3114)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以 2,6-二叔丁基苯酚、多聚甲醛、氰尿酸为主要原料合成制得的抗氧剂 3114。

分子式: $C_{48}H_{69}O_6N_3$

结构式:



相对分子质量: 784.08(按 2005 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 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

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, neq ISO 3696: 1987)

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 11409.4 橡胶防老剂、硫化促进剂加热减量的测定方法

GB/T 11409.7 橡胶防老剂、硫化促进剂灰分的测定方法

3 要求

抗氧剂 3114 应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 抗氧剂 3114 的技术要求

项 目			指 标
外观			白色粉末
熔点范围/℃			218.0~225.5
挥发分/%		≤	0.30
灰分/%		≤	0.05
溶解性			清澈
透光率	425 nm/%	≥	95.0
	500 nm/%	≥	97.0
含量/%		≥	98.0

4 试验方法

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 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 1250 中修约值比较法的有关规定。

4.1 外观的测定

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

4.2 熔点范围的测定

按 GB/T 617 之规定进行测定。

4.3 挥发分的测定

按 GB/T 11409.4 之规定进行测定。称取试样 3.0 g~3.5 g(精确至 0.000 2 g),干燥温度(105±2)℃,干燥 2 h 后,取出称量瓶放入干燥器内冷却至室温(不得少于 30 min),称量。再放入干燥箱内干燥 30 min,取出称量瓶放入干燥器内冷却相同时间,称量。重复上述操作,直至连续两次称量结果之差不大于 0.000 3 g,取最后一次称量值进行计算。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.02 %。

4.4 灰分的测定

按 GB/T 11409.7 之规定进行测定。称取试样量:6 g~8 g(精确至 0.000 2 g),灼烧温度:(800±25)℃,灼烧时间:3 h。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.01 %。

4.5 溶解性的测定

4.5.1 试剂

三氯甲烷[67-66-3]。

4.5.2 仪器

4.5.2.1 具塞比色管:25 mL。

4.5.2.2 移液管:25 mL。

4.5.2.3 分析天平。

4.5.3 分析步骤

在室温下称取 2.5 g 试样(准确至 0.01 g),加入到 25 mL 清洁干燥的具塞比色管中,用移液管准确吸取 25.0 mL 三氯甲烷,加入到以上具塞比色管中,溶解后,观察其是否清澈。保留该溶液用于透光率测定。

4.6 透光率的测定

4.6.1 仪器

4.6.1.1 分光光度计:应符合 GB/T 9721—1988 中第 6 章的规定。

4.6.1.2 吸收池:光程为 10 mm 标准玻璃比色皿。

4.6.2 分析步骤

按 GB/T 9721—1988 之规定进行测定。将溶解性试验后的溶液倒入 10 mm 比色皿中,置于分光光度计内,以三氯甲烷试剂作参比,分别测定在 425 nm 和 500 nm 波长下的透光率,结果保留至小数点后一位。

注:样品必须在加入三氯甲烷后 2 h 内分析完毕。

4.7 含量的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 甲醇[67-56-1]:色谱纯。

4.7.1.2 乙酸乙酯[141-78-6]:色谱纯。

4.7.1.3 水:超纯水或二次重蒸水,符合 GB/T 6682 中的一级水规格,加入 0.1 % (体积分数)的色谱

纯冰醋酸。

注：以上试剂均需真空过滤，滤膜孔径为 0.45 μm 。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 色谱仪：配有紫外吸收(UV)检测器的高效液相色谱仪。

4.7.2.2 记录仪：色谱数据处理机。

4.7.2.3 微量注射器：50 μL ；或自动进样器。

4.7.2.4 流动相过滤装置。

4.7.2.5 超声波清洗器。

4.7.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 规定。

表 2 色谱操作条件

色谱柱填料	C_{18} , 5 μm
柱规格/mm	$\phi 4.60 \times 150$
柱材质	不锈钢
流动相(体积比)	甲醇：水 = 93：7
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	40
流速/(mL/min)	1.2
检测波长/nm	275
进样量/ μL	10

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 设定操作条件：色谱仪启动后进行必要的调节，以达到表 2 所述的典型操作条件。色谱仪在达到设定的操作条件并稳定，即可开始进样测定。

4.7.4.2 样品溶液的制备

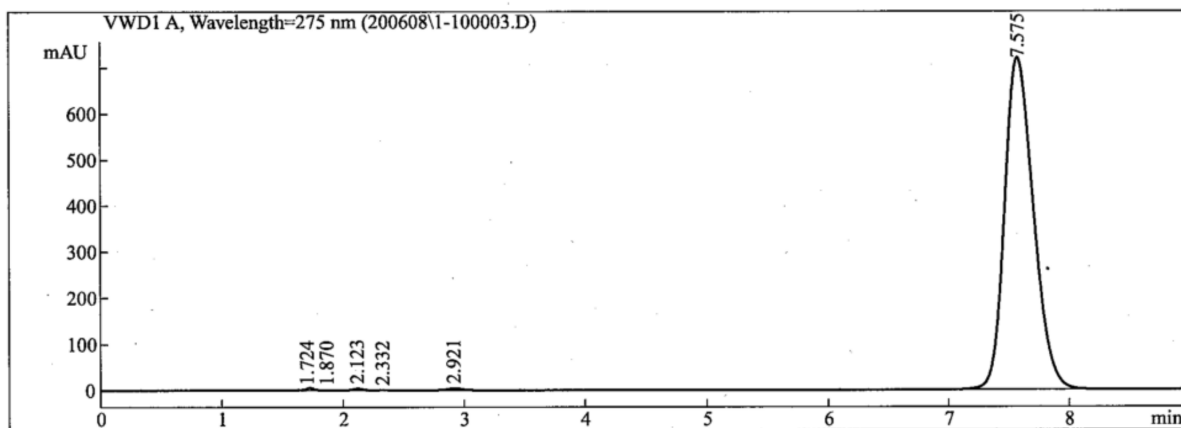
称取 80 mg~100 mg 试样(精确至 1 mg)于 50 mL 容量瓶中，加入 25.0 mL 乙酸乙酯使试样完全溶解，再加入甲醇至刻度，摇匀，超声脱气。

4.7.4.3 试样测定

用自动进样器自动进样，或用 50 μL 微量注射器吸取约 50 μL 试样并注入带有 10 μL 定量管的色谱仪中。每一试样需重复测定两次。

4.7.4.4 典型色谱图

典型色谱图见图 1。



注：7.575min：抗氧化剂 3114，其余为未知物。

图 1 抗氧化剂 3114 在 C_{18} 柱上的典型色谱图

4.7.5 计算

采用面积归一法,以质量分数 X_s 表示的抗氧剂 3114 含量,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$X_s = \frac{A_s}{\sum A_i} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_s ——试样中抗氧剂 3114 的峰面积;

A_i ——试样中各组分的峰面积。

4.7.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后一位,两次平行测定结果之差值不得大于 0.2 %。

5 检验规则

5.1 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.2 采样

按 GB/T 6679 规定采样。取样量不得少于 500 g,分装于两个清洁干燥的塑料瓶中,贴标签并注明:产品名称、采样日期、批号、采样人。一瓶用于检验,另一瓶保存以备复查。

5.3 检验分类

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

5.4 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并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、生产日期、生产厂名称、注册商标、批号、检验员代号。

5.5 复检

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应从同批产品中重新自两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求,也判该批产品为不合格产品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

每个外包装上都应有清晰牢固的标志,内容包括:产品名称、生产厂名称、注册商标、详细地址及联系电话、标准号、生产日期、批号、净含量。

6.2 包装

抗氧剂 3114 用聚乙烯塑料薄膜袋为内包装,外包装用箱、袋、桶包装均可,必须封口,以免受潮。单件净含量应符合标识标明值,允许偏差 $\pm 1\%$ 。

6.3 运输

本产品运输过程中要轻装、轻卸,有防雨雪和防晒措施。

6.4 贮存

本产品应贮存于通风干燥的仓库内,远离火源、强酸、强碱以及强氧化剂。

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 18 个月。