

ICS 71. 100. 40  
G 71  
备案号: 65399—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5466—2018

---

### $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸甲酯

Methyl  $\beta$ -(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate

2018-10-22 发布

2019-04-01 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。

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

本标准主要起草人：张忠琴、刘明珍、郭德宝、刘毓民、刘菊香。

## $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸甲酯

### 1 范围

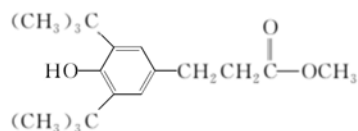
本标准规定了 $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸甲酯（简称抗氧剂 3,5-甲酯）的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以 2,6-二叔丁基苯酚和丙烯酸甲酯为主要原料进行加成反应，经蒸馏法或结晶法提纯工艺制得的抗氧剂 3,5-甲酯。

化学名称： $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸甲酯

分子式： $C_{18}H_{28}O_3$

结构式：



相对分子质量：292.42（按 2016 年国际相对原子质量）

CAS RN：6386-38-5

### 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 9721—2006 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 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

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 3,5-甲酯的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 抗氧化剂 3,5-甲酯的技术要求和相应的试验方法

项    目		指        标		试验方法
		蒸馏法产品	结晶法产品	
外观		白色或淡黄色固体		4.2
熔点范围/℃		62.0～67.0		4.3
加热减量（105℃±2℃）/%		≤0.1	5.0	4.4
溶解性		清澈		4.5
透光率/%	425 nm	≥95.0		4.6
	500 nm	≥97.0		
纯度（GC）/%		≥99.0	99.0（以干品计）	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。

本标准中试验数据的表示和修约规则应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法的有关规定。

### 4.2 外观的测定

在自然光线下目测。

### 4.3 熔点范围的测定

按 GB/T 617—2006 的规定进行测定,其中的 4.1 目视法为仲裁法。测定用蒸馏法和结晶法样品均按本标准 4.7.5.1 制备。

### 4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.4 的规定进行测定。电热恒温干燥箱的温度控制在 105℃±2℃。

蒸馏法产品两个平行测定值的绝对差值不得大于 0.04%、结晶法产品两个平行测定值的绝对差值不得大于 0.4%,取两个平行测定值的算术平均值作为测定结果。

### 4.5 溶解性的测定

#### 4.5.1 试剂

甲苯 [108-88-3]: 经 0.45 μm 滤膜真空过滤。

注意: 甲苯易燃, 蒸气有毒。

#### 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。

### 4.5.3 试验步骤

在室温下（20℃～25℃）称取 2.5 g 样品，精确至 0.01 g。置于清洁、干燥的具塞比色管中，用移液管准确吸取 25 mL 甲苯，加至比色管中，样品充分溶解后，观察溶液是否清澈。

## 4.6 透光率的测定

### 4.6.1 试剂

甲苯 [108-88-3]：经 0.45 μm 滤膜真空过滤。

注意：甲苯易燃，蒸气有毒。

### 4.6.2 仪器

4.6.2.1 分光光度计：应符合 GB/T 9721—2006 中第 6 章的规定。

4.6.2.2 比色皿：10 mm。

### 4.6.3 试验步骤

吸取溶解性试验后的样品溶液，置于比色皿中，将比色皿放入分光光度计内，以甲苯作参比溶液，在 425 nm 和 500 nm 波长下测量样品溶液的透光率，结果保留小数点后 1 位。

## 4.7 纯度的测定

### 4.7.1 原理

在选定的色谱操作条件下，试样汽化后通过色谱柱将各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，计算方法采用面积归一化法。

### 4.7.2 试剂

4.7.2.1 甲醇 [67-56-1]：色谱纯。

注意：甲醇易燃，其蒸气与空气混合易爆，吞食、吸入、与皮肤接触有毒。

4.7.2.2 氮气：纯度（体积分数）≥99.99 %。

4.7.2.3 氢气：纯度（体积分数）≥99.99 %。

4.7.2.4 空气：干燥无油压缩空气。

### 4.7.3 仪器设备

4.7.3.1 气相色谱仪：灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定，带分流/不分流进样口。

4.7.3.2 色谱柱：石英毛细管柱，长度 30 m、内径 0.53 mm、膜厚 1.0 μm，固定相为 5 % 苯基、95 % 甲基聚硅氧烷。

4.7.3.3 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

4.7.3.4 色谱工作站。

4.7.3.5 微量注射器：1 μL。

4.7.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

表 2 色谱操作条件

控制参数		操作条件
载气（氮气）流速/(mL/min)		5
燃烧气（氢气）流速/(mL/min)		30
助燃气（空气）流速/(mL/min)		300
汽化室温度/℃		250
检测器温度/℃		250
分流比		1：20
升温程序	初始柱温/℃	60
	保持时间/min	1
	升温速率/(℃/min)	20
	最终温度/℃	250
	终温保持时间/min	8
进样体积/ $\mu$ L		0.2
定量方法		面积归一化法
注：上述操作条件中的参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当的调整，以获得最佳效果。		

4.7.5 试验步骤

4.7.5.1 结晶法样品干品的制备

取约 10 g 样品，摊平在培养皿中，置于烤灯下烘烤 10 min~15 min（温度应低于 50 ℃），备用。

4.7.5.2 样品溶液的制备

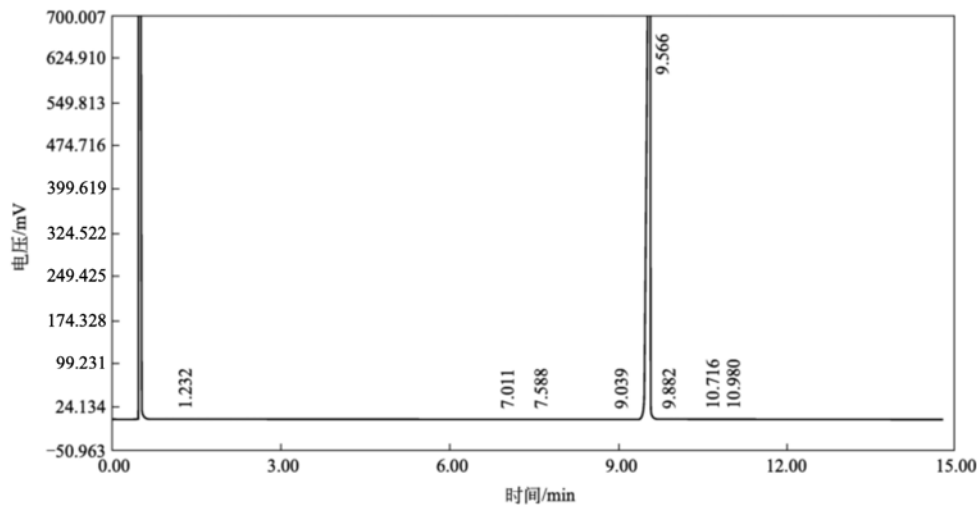
称取约 0.5 g 样品，精确至 0.01 g。置于 10 mL 容量瓶内，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.7.5.3 样品的测定

按照表 2 给出的气相色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器吸取 0.2  $\mu$ L 样品溶液注入气相色谱仪中，记录气相色谱图，用色谱工作站进行结果处理。

4.7.5.4 典型色谱图

典型色谱图见图 1。



说明：  
9.566 min——抗氧剂 3,5-甲酯。

图 1 抗氧剂 3,5-甲酯的典型色谱图

4.7.6 结果计算

抗氧剂 3,5-甲酯的纯度以质量分数  $w$  表示，按公式（1）计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：  
 $A$ ——抗氧剂 3,5-甲酯的峰面积；  
 $\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

4.7.7 允许差

两个连续测定值的绝对差值不得大于 0.2 %，取两个连续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 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。采样量不少于 300 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）供检验部门检验，另一瓶（袋）保存备查。

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

本产品用内衬塑料袋（聚氯乙烯、聚乙烯）的纸塑复合袋包装，每袋净含量 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。

### 6.4 贮存

本产品应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内，应下垫垫层，防止受潮。

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。

---



中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

**$\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸甲酯**

HG/T 5466—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$  字数17千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2566

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：14.00元

版权所有 违者必究