

ICS 37.040.30  
G 84  
备案号: 56273—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5072—2016

---

### 2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基氧化膦

Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide

2016-10-22 发布

2017-04-01 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。

本标准由全国感光材料标准化技术委员会（SAC/TC102）归口。

本标准起草单位：北京英力科技发展有限公司、天津久日化学股份有限公司、长沙新宇高分子科技有限公司、江苏英力科技发展有限公司、中国乐凯集团有限公司。

本标准主要起草人：闫庆金、邵俊峰、翟雁霞、张齐、王辉明、李冬梅、白银亮。

## 2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基氧化膦

### 1 范围

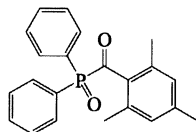
本标准规定了 2,4,6-三甲基苯甲酰基二苯基氧化膦（CAS 号：75980-60-8。简称光引发剂 TPO）的技术要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于光引发剂 TPO 产品。

分子式： $C_{22}H_{21}O_2P$

相对分子质量：348.37（按 2014 年国际相对原子质量）

结构式：



### 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9969 工业产品使用说明书 总则

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

GB/T 21781 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

### 3 技术要求

#### 3.1 外观

淡黄色固体粉末或颗粒。

#### 3.2 产品质量指标

应符合表 1 的要求。

HG/T 5072—2016

表 1 质量要求

项 目	指 标
纯度(HPLC)/Area%	≥98.0
酸值/(mgKOH/g)	≤1.0
熔点/℃	87.0~94.0
挥发分/%	≤0.2
溶解试验	溶解后清澈透明,无悬浮物

4 试验方法

本标准所用的试剂,在没有注明其他要求时,均使用分析纯试剂;所使用的水均符合 GB/T 6682 的规定。本标准所用标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他特殊要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.1 外观

在自然光下,将约 10 g 样品放在清洁的白纸上,目视确定外观,呈淡黄色固体粉末或颗粒、无其他异物者为合格产品。

4.2 纯度

按 GB/T 16631 执行。

4.2.1 测定原理

试样用甲醇溶解,以甲醇-水二元溶剂为流动相,使用 C<sub>18</sub> 为固定相的色谱柱,对试样中的光引发剂 TPO 及其他有机杂质进行反相高效液相色谱分离后,用紫外检测器在 254 nm 波长下检测,以面积归一化法计算含量。

4.2.2 试验试剂

- a) 甲醇(色谱纯)。
- b) 二次蒸馏水。

4.2.3 试验仪器

- a) 高效液相色谱仪:配紫外检测器。
- b) 色谱柱: C<sub>18</sub> 为固定相的色谱柱, 250 mm×4.6 mm, 5 μm。
- c) 微量注射器: 50 μL。

4.2.4 色谱操作条件

流动相: 甲醇/水=4/1 (V/V)。  
流速: 1.0 mL/min。  
检测器波长: 254 nm。  
柱温: 室温。

4.2.5 试验步骤

4.2.5.1 试样溶液的配制

称取 50 mg 样品于 50 mL 棕色容量瓶中，加入 10 mL 甲醇，充分振摇或超声使其溶解，再用流动相稀释至刻度，充分混匀，避光保存。

4.2.5.2 进样检测

用 50 μL 微量注射器吸取 30 μL~40 μL 试样溶液进样，采集色谱图。

4.2.6 结果表示与计算

光引发剂 TPO 产品的纯度用  $X_1$  表示，数值以面积归一化百分含量计，按公式（1）计算，

$$X_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

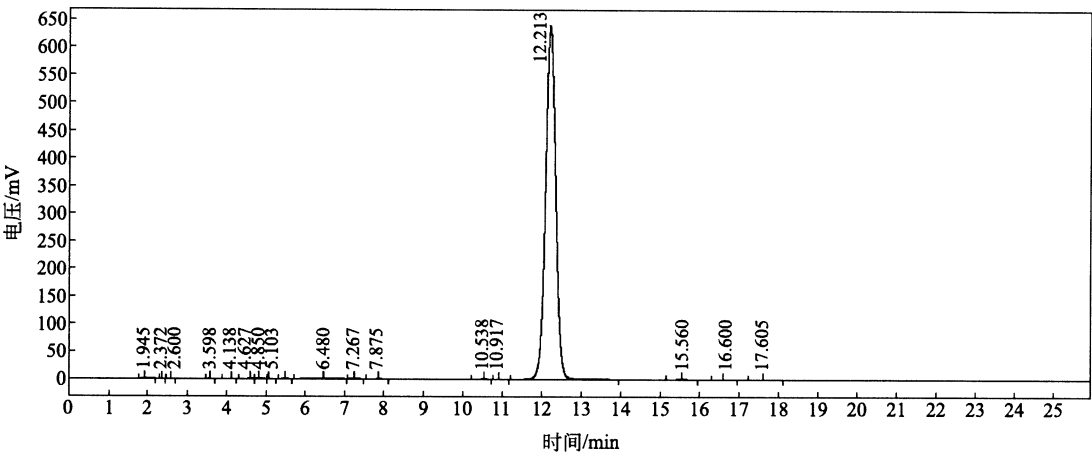
式中：

$X_1$ ——TPO 产品的面积归一化百分含量，以 % 表示；

$A_1$ ——光引发剂 TPO 的峰面积；

$\sum A_i$ ——光引发剂 TPO 及产品中各个有机杂质的峰面积的总和。

4.2.7 典型谱图



4.3 酸值

4.3.1 试验试剂

- a) 乙醇（分析纯）。
- b) 溴百里酚蓝指示剂：1 g/L。
- c) 标准溶液：氢氧化钾乙醇溶液，浓度 0.05 mol/L。

4.3.2 试验仪器

- a) 三角瓶：250 mL。
- b) 分析天平：精度  $\frac{1}{10\,000}$  g。

## HG/T 5072—2016

c) 碱式滴定管：25 mL。

## 4.3.3 试验步骤

称取 5 g (精确至 0.000 1 g) 样品于干燥的三角瓶中，加入 30 mL 95 % 乙醇，待样品完全溶解后，加入 3 滴~5 滴溴百里酚蓝指示剂，用氢氧化钾乙醇标准溶液 ( $c_{\text{KOH}}=0.05 \text{ mol/L}$ ) 滴定至溶液呈浅绿色为终点。同时做空白试验。

## 4.3.4 计算

酸值用 TAN 表示，数值以 mgKOH/g 计，按公式 (2) 计算：

$$\text{TAN} = \frac{(V_2 - V_1)c \times 56.11}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

TAN——TPO 产品的酸值的数值，单位为毫克氢氧化钾每克 (mgKOH/g)；

$V_2$ ——滴定样品时消耗氢氧化钾乙醇标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_1$ ——滴定空白时消耗氢氧化钾乙醇标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

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

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克 (g)；

56.11——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

## 4.4 熔点

按 GB/T 21781 的有关规定执行。

## 4.5 挥发分

## 4.5.1 试验仪器

a) 称量瓶：5 mm×40 mm，2 个。

b) 恒温烘箱。

c) 分析天平：精度  $\frac{1}{10\,000}$  g。

## 4.5.2 试验步骤

称取 3 g 样品于已干燥至恒重的称量瓶中，称量 (精确至 0.000 1 g)。放入 60 °C 恒温烘箱中，干燥至恒重。取出，置于干燥器内，冷却至室温，称量 (精确至 0.000 1 g)。

## 4.5.3 数据处理

以质量分数表示的挥发分 (用  $X$  表示)，按公式 (3) 计算：

$$X = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X$ ——挥发分，以 % 表示；

$M_0$ ——空称量瓶的质量的数值，单位为克 (g)；

$M_1$ ——称量瓶加样品干燥前的质量的数值，单位为克 (g)；

$M_2$ ——称量瓶加样品干燥后的质量的数值，单位为克 (g)。

两个数据绝对差值不大于 0.02 %，取其算术平均值为挥发分。

#### 4.6 溶解试验

称取 1.0 g（精确至 0.01 g）样品，装入 25 mL 比色管中，加入 10 mL 甲苯，振摇或超声使其溶解，摇匀，目测溶液有无悬浮物、是否清澈透明，观测后溶液倒入专用回收瓶中。

### 5 检验规则

#### 5.1 出厂检验

光引发剂 TPO 产品出厂前应由生产厂的质量检验部门检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂产品的各项技术指标均符合本标准的要求，并附有一定格式的质量证明书。

#### 5.2 型式检验

型式检验应包括本标准规定的全部项目。

本品有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 产品结构、原材料、工艺有较大改变时；
- b) 产品长期停产后恢复生产时；
- c) 长期正常生产，应每年进行一次型式检验；
- d) 出厂检验结果与上次检验有较大差异时。

#### 5.3 抽样或采样

采样按 GB/T 6678 的有关规定进行，每批在不同包装与部位随机抽取 200 g～300 g 样品，混合均匀后，分装入两个洁净、干燥的深色避光容器中，密封，贴上标签，标签上注明产品名称、批号、取样日期、取样地点、取样人、取样总量等内容。一个供检验，另一个作留样备查。

留样样品质于干净的深色避光瓶中密封，贴上标签，注明产品名称、批号、等级、取样日期，取样人、分析人姓名，置于阴凉、防潮、避光处保存备查。

#### 5.4 检验与复验原则及结果的判定

检验结果如有一项不符合标准要求，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验，复验结果仍有一项指标不符合标准要求则整批产品判为不合格，如符合则判为合格。

### 6 标志、包装、运输和贮存

#### 6.1 标志

在产品包装上应标注产品名称、商标、批号、毛重、净含量、生产厂名称、厂址、生产日期、保质期等标志以及包装储运标志，其中包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

#### 6.2 包装

产品用纸桶或纸箱装，内置双层塑料袋，内层为无色塑料袋，外层为黑色塑料袋，包装规格为每桶或箱 20 kg，或按客户要求包装。包装桶内应附有产品合格证、产品使用说明书，其中产品合格证应符合 GB 190 的规定，产品使用说明书应符合 GB/T 9969 的规定。

## HG/T 5072—2016

### 6.3 运输

产品运输中严禁野蛮装卸，严禁与强氧化性、强还原性物质混运，并有防雨、防晒措施。

### 6.4 贮存

产品应贮存在通风、干燥、环境温度在 40 ℃ 以下的仓库内，避光保存，严禁与强氧化性、强还原性物质混放。在保证贮存条件下，产品保质期为 2 年。

---