

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号:30140—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4141—2010

抗氧化剂 1135

Antioxidant 1135

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

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：上海金海雅宝精细化工有限公司。

本标准参加起草单位：青岛丰华灏龙化工助剂有限公司、山东省临沂市三丰化工有限公司、天津市海佳科技有限公司、上海汽巴高桥化学有限公司。

本标准主要起草人：赵钢凯、钱龙云、王艳萍。

抗氧剂 1135

1 范围

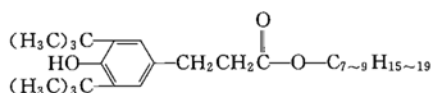
本标准规定了 β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸 $C_7 \sim C_9$ 醇酯(简称抗氧剂 1135)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以 2,6-二叔丁基苯酚为原料,经与丙烯酸甲酯加成后再和 $C_7 \sim C_9$ 醇进行酯交换反应所制备的抗氧剂 1135。

化学名称: β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸 $C_7 \sim C_9$ 醇酯

分子式: $C_{24 \sim 26}H_{40 \sim 44}O_3$

结构式:



相对分子质量:376.57~404.62(按 2007 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 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,mod ISO 780:1997)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法

GB/T 6680 液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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

抗氧剂 1135 应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 抗氧剂 1135 的技术要求

项 目	指 标
外观	无色或淡黄色透明液体
色度/Pt-Co 号	≤ 100
溶解性	清澈
水分/%	≤ 0.1
酸值/(mgKOH/g)	≤ 1.0
纯度(GC 法)/%	≥ 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。试验中所需标准溶液均按 GB/T 601 的规定制备。

本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 8170 中修约值比较法的有关规定。

4.1 外观的测定

取约 50 mL 试样于具塞比色管中,在自然光下目测。

4.2 色度的测定

按 GB/T 605 的规定进行测定。

4.3 溶解性的测定

4.3.1 试剂

甲苯[108-88-3]:经 0.45 μm 滤膜真空过滤。

4.3.2 仪器

4.3.2.1 具塞比色管:25 mL;

4.3.2.2 移液管:25 mL;

4.3.2.3 分析天平。

4.3.3 分析步骤

在室温(20℃~25℃)下,称取约 2.5 g(精确至 0.01 g)试料加入 25 mL 清洁干燥的具塞比色管中,再准确吸入 25.0 mL 甲苯,加至以上具塞比色管中,溶解后,观察其是否清澈。

4.4 水分的测定

按 GB/T 606 的规定进行测定。

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

4.5.1.3 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;

4.5.2.4 分析天平。

4.5.3 分析步骤

用量筒量取约 50 mL 甲苯于三角烧瓶中,加入 5 滴酚酞指示液,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴至粉红色,加入 5 g 试样(精确至 0.01 g),溶解后摇匀,用氢氧化钾-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 V 。

4.5.4 结果的计算

4.5.4.1 计算

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

$$X = \frac{cVM}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——氢氧化钾-乙醇标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——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);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.106$)。

4.5.4.2 允许差

取两次测定结果的算术平均值作为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不大于 0.02 mgKOH/g。

4.6 纯度的测定(GC 法)

4.6.1 方法原理

试样溶解于无水乙醇后,用微量进样针取乙醇溶解液注入气相色谱中,各组分经色谱柱分离后经氢火焰检测器检测,由色谱工作站按照校正面积归一化法得到各组分的含量数据。

4.6.2 试剂

无水乙醇[64-17-5]。

4.6.3 仪器与设备

4.6.3.1 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定;

4.6.3.2 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);

4.6.3.3 记录系统:色谱工作站;

4.6.3.4 微量注射器:10 μ L。

4.6.4 色谱柱及操作条件

4.6.4.1 色谱柱:内径 0.32 mm,长 30 m,膜厚 0.25 μ m 毛细管柱,固定相为(5 %苯基)甲基聚硅氧烷,如 DB-5;

4.6.4.2 操作条件应符合表 2 规定。

表 2 气相色谱操作条件

项 目	指 标
柱内载气流速/(mL/min)	2
分流口流速/(mL/min)	330
氢气流速/(mL/min)	30
空气流速/(mL/min)	300
进样口温度/℃	280
检测器温度/℃	300
柱温	50℃→300℃(保持 10 min) 升温速率:10℃/min

4.6.5 分析步骤

4.6.5.1 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。

4.6.5.2 校准

分别以纯度不低于 99.5 %的抗氧剂 1135、 β -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸甲酯(简称 35 甲酯)、 $C_7 \sim C_9$ 醇、2,6-二叔丁基苯酚为标准样品。

校正因子 f_i 按式(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:

M_i ——标样的质量的数值;

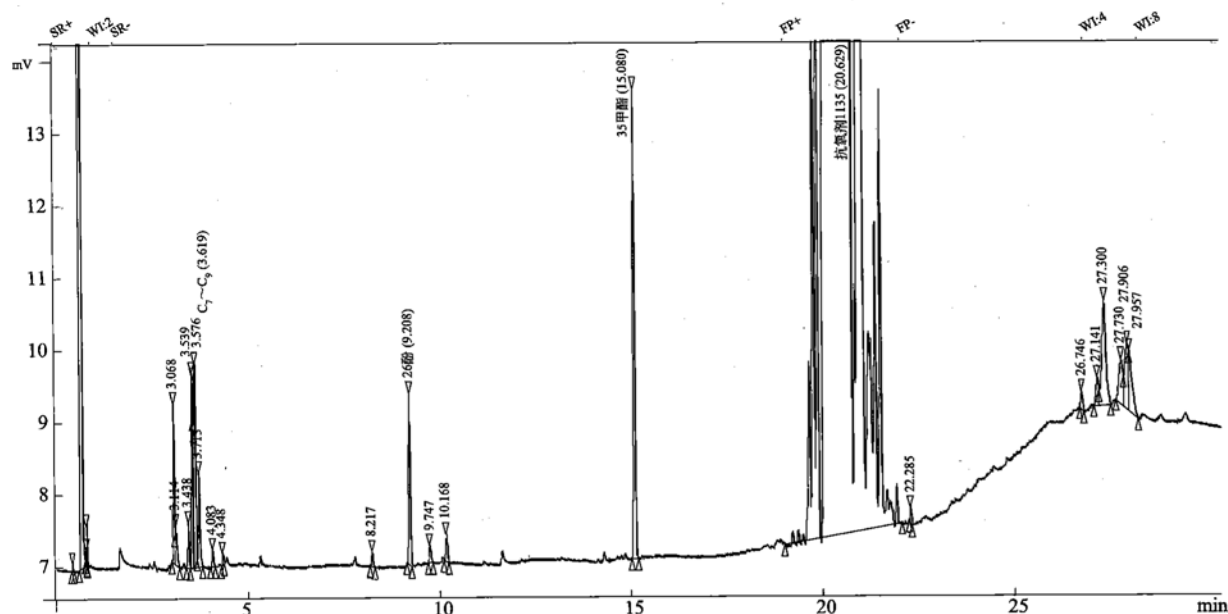
A_i ——标准溶液标样的峰面积。

4.6.5.3 试样测定

取约 1 mL 试样于 25 mL 容器中,用约 25 倍无水乙醇溶解,摇匀,过滤,用微量注射器吸取试样滤液 0.4 μ L,并注入色谱仪。每一试样需重复测定两次。

4.6.6 典型色谱图

见图 1。



注:18.0 min~22.0 min 为抗氧化剂 1135;15.08 min 为 35 甲酯;9.21 min 为 2,6-二叔丁基苯酚;2.5 min~4.5 min 为 $C_7 \sim C_9$ 醇。

图 1 抗氧化剂 1135 在 DB-5 柱上的典型色谱图

4.6.7 计算

4.6.7.1 被测组分含量的测定

以质量分数 X_s 表示被测组分含量,数值以 % 表示,按式(3)计算:

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

式中:

f_s ——试料中被测组分的校正因子;

A_s ——试料中被测组分的峰面积;

f_i ——试料中各组分的校正因子;

A_i ——试料中各组分的峰面积。

注:其他未知物的校正因子采用抗氧化剂 1135 的校正因子。

4.6.7.2 允许差

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

5 检验规则

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

5.1 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、生产厂名称、注册商标、批号等。

5.2 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.3 采样

按 GB/T 6680 规定采样,采样量不得少于 500 mL,分装于两个清洁干燥的塑料瓶中,密封并贴上标签,并注明:生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样人。一瓶用于检验,另一瓶密封保存备查。

5.4 复检

出厂项目检验结果中若有一项指标不符合本标准要求时,应重新自同批产品两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果中仍有一项指标不符合本标准要求,则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

本产品每个外包装上都应有清晰牢固的标志,其内容包括:产品名称、生产日期、批号、标准号、生产厂名称、详细地址、联系电话、净含量、贮存期、注册商标等,包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

6.2 包装

本产品采用镀锌铁桶氮封包装,容量为 200 L,每桶净含量为 180 kg,允许偏差 $\pm 0.5\%$;或每桶净含量根据用户要求商定,净含量允差应符合 JJF 1070—2005 的规定。

6.3 运输

本产品运输时防止猛烈撞击,以免桶皮焊口破裂,防止日晒、雨淋,并有遮篷。

6.4 贮存

本产品应贮存在干燥、阴凉、通风的库房中。

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 24 个月。

中华人民共和国
化工行业标准
抗氧剂 1135

HG/T 4141—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数11千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0907

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:10.00元

版权所有 违者必究