

ICS 71. 100. 40  
G 71  
备案号:18205—2006

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3877—2006

---

## 抗氧化剂 TNPP

Antioxidant TNPP

2006-07-26 发布

2007-03-01 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 TNPP 信息与生产企业标准基础上制定的。试验方法和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：深圳泛胜塑胶助剂有限公司。

本标准参加起草单位：艾迪科精细化工(常熟)有限公司、淄博市临淄峰泉化工有限公司。

本标准主要起草人：梁沛基、龙华国、梁煜昌、吴九英、张梓华。

## 抗氧剂 TNPP

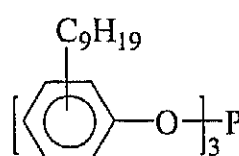
### 1 范围

本标准规定了亚磷酸三壬基苯酯(简称抗氧剂 TNPP)的要求,试验方法,检验规则及标志,包装,运输和贮存。

本标准适用于以壬基酚和三氯化磷反应而生成的抗氧剂 TNPP。

分子式:  $C_{45}H_{69}O_3P$

结构式:



相对分子质量: 689.00(按 2001 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 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 602—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1664 增塑剂外观色度的测定(铂-钴比色法)

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6488 化工产品折光率测定法

GB/T 6678 化工产品采样总则

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 6682—1992, neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 12008.8 聚醚多元醇的粘度测定

### 3 要求

抗氧剂 TNPP 应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 抗氧剂 TNPP 的技术要求

项 目	指 标
外观	浅黄色透明液体
色度,(Pt-Co)号 ≤	100
密度(25℃)/(g/mL)	0.9800~0.9940
折光率 $n_D^{25}$	1.5255~1.5280
酸值/(mgKOH/g) ≤	0.15
黏度(25℃)/(mPa·s)	3500~7000
磷含量/%	4.1~4.5

4 试验方法

除非另有说明,分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 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 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

在自然光下目测。

4.2 色度的测定

按 GB/T 1664 的规定进行测定。

4.3 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.2 韦氏天平法的规定进行测定。

4.4 折光率的测定

按 GB/T 6488 的规定进行测定。

4.5 黏度的测定

按 GB/T 12008.8 的规定进行测定。

4.6 酸值的测定

4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 甲苯[108-88-3]。

4.6.1.2 乙醇[64-17-5]。

4.6.1.3 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.6.1.4 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L。

4.6.2 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.001 g)于 300 mL 锥形瓶中,然后加入 50 mL 甲苯摇晃至溶解。再向其中加入 50 mL 乙醇并混合均匀。然后向其中加入 2 滴~3 滴 1 g/L 溴百里香酚蓝指示液,用 0.1 mol/L 的氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至蓝绿色,20s~30s 不变色为滴定终点。同时作空白试验。

4.6.3 结果计算

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

$$w=\frac{(V-V_0)cM}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——滴定试样消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验消耗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)( $M=56.109$ );

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

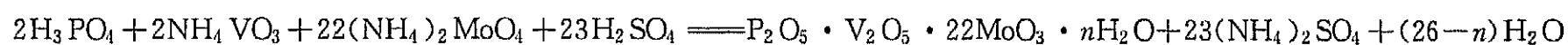
#### 4.6.4 允许差

两次平行测定结果的相对误差应小于 10 %,取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。计算结果表示到小数点后两位。

### 4.7 磷含量的测定

#### 4.7.1 原理

用氧化剂将样品中的三价磷氧化成五价磷,然后在酸性介质中以钼酸铵和钒酸铵作为显色剂,使五价磷与显色剂生成黄色的磷钒钼杂多酸,分别测定试样和磷标准溶液经显色处理后的吸光度,从而计算出样品中的磷含量。显色反应方程式为:



#### 4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 硫酸[7764-93-9]。

4.7.2.2 过氧化氢[7722-84-1]。

4.7.2.3 硝酸[7697-37-2]溶液:1+1。

4.7.2.4 钼酸铵[131006-76-8]溶液:0.04 mol/L。

将约 400 mL 水,加入容量为 1 000 mL 的烧杯中,再沿烧杯壁缓慢加入浓硫酸 150 mL,搅拌并冷却至室温。

将约 300 mL 水加入容量为 500 mL 烧杯中,再加入约 49.44 g 钼酸铵,搅拌使其完全溶解。

将上述钼酸铵的溶液倒入盛有硫酸溶液的烧杯中,然后用水稀释至约 1 000 mL。

4.7.2.5 钒酸铵[7803-55-6]溶液:0.02 mol/L。

称取约 2.34 g 钒酸铵置于容量为 1 000 mL 烧杯中,加入 1+1 的硝酸溶液 15 mL,再加入水 700 mL,并搅拌约 2 h 使其完全溶解,然后加水稀释至约 1 000 mL。

4.7.2.6 磷酸二氢钾[7778-77-0]标准溶液: $\rho(\text{PO}_4)=0.1\text{ mg/mL}$ 。

#### 4.7.3 仪器和设备

4.7.3.1 加热器(电热套):容量 500 mL。

4.7.3.2 凯氏烧瓶(定氮烧瓶):容量 300 mL。

4.7.3.3 分光光度计。

4.7.3.4 恒温水浴槽。

#### 4.7.4 分析步骤

##### 4.7.4.1 试样溶液

称取 0.2 g~0.3 g(精确至 0.000 1 g)试样置入凯氏烧瓶中,加入 10 mL 硫酸,然后将此凯氏烧瓶置于加热器中于 350 °C 加热约 30min。

取出凯氏烧瓶,自然冷却至 60 °C 以下。

向凯氏烧瓶中加入过氧化氢 5 mL(会发热)放置 10min 使之冷却后,再加过氧化氢 5 mL。

将凯氏烧瓶再次置入加热器中,在 350 °C 左右加热 30min~40min。直至用浸泡过碘化钾溶液的滤纸,置于凯氏烧瓶的出口,滤纸不出现褐色为止。

##### 4.7.4.2 显色反应

用少量水将试样洗入 250 mL 容量瓶中,放置冷却至接近室温,再用水稀释至刻度。用移液管从容量

瓶中移取 10 mL 试样溶液,放入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 0.04 mol/L 钼酸铵溶液和 5 mL 0.02 mol/L 钒酸铵溶液,然后用水稀释至刻度。保持温度在 25 °C ~ 30 °C (必要时置于恒温水浴中)进行显色反应。

用移液管吸取 10 mL 0.1 mg/mL 磷酸二氢钾标准溶液置入 100 mL 容量瓶中,按上述方式显色作为标准试样,同时作空白试验。

#### 4.7.4.3 测定

测定用波长为 460 nm。先用空白试验样调零,再分别测定试样与标准试样的吸光度。

#### 4.7.5 结果计算

磷含量以质量分数  $w_1$  计,数值以(%)表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_s \rho V_1}{A m_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A_s$ ——试样的吸光度的数值;

$\rho$ ——磷酸二氢钾标准溶液中磷元素的浓度的准确数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_1$ ——所配试样溶液的体积的数值,单位为升(L)( $V=0.25$  L);

$A$ ——磷酸二氢钾标准溶液吸光度的数值;

$m_1$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

#### 4.7.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应小于 0.03 %,取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。计算结果表示到小数点后一位。

### 5 检验规则

#### 5.1 检验分类

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

#### 5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂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、本标准编号、生产厂名、注册商标、生产日期、批号、检验员代号。

#### 5.3 组批规则

以同等质量的均匀产品(同一槽或釜的产品)为一批。

#### 5.4 采样

按 GB/T 6678 中要求确定采样单元数,按 GB/T 6680 规定采样,采样量不得少于 500 mL,样品分别置于两个清洁、干燥的样品瓶中,混匀并密封。贴标签,注明产品名称、取样日期、批号、采样人及生产厂名。一瓶样品检验,一瓶样品保留以备待查。

#### 5.5 复验

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

### 6 标志、包装、运输、贮存

#### 6.1 标志

每个外包装容器上应有清晰牢固的标志,内容包括:产品名称、本标准编号、生产厂名、厂址、联系电话、注册商标、净含量、生产日期、批号。

#### 6.2 包装

产品用 200 L 镀锌铁桶包装,密封,每桶净含量 200 kg,或由供需双方协定其他包装种类与规格。

### 6.3 运输

运输时应避免日晒雨淋,防止倒置和猛烈碰撞。

### 6.4 贮存

产品应贮存于阴凉、干燥、通风良好的库房或货棚内,避免与酸、碱类物质共贮存。

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一年,超过贮存期经重新检验合格后仍可使用。

---

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

抗 氧 剂 TNPP

HG/T 3877—2006

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

2007年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0435

---

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：8.00 元

版权所有 违者必究