

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号: 13207—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3713—2003

抗氧化剂 1010

Antioxidant 1010

2004-01-09 发布

2004-05-01 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 1010 信息及企业标准的基础上制定的。质量指标达到国外同类产品质量水平。试验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：天津市力生化工厂、江苏汉光实业股份有限公司、天津市晨光化工有限公司、山东省临沂市三丰化工有限公司、营口市风光精细化工厂。

本标准主要起草人：安长有、吴国华、陈志东、周兴荣。

引 言

抗氧剂 1010 是一种多元受阻酚抗氧剂,可添加在塑料、橡胶等高分子材料中,可使被保护的材料抵抗氧化作用带来的破坏。与辅助抗氧剂如 168 等并用于聚合物中,可以显著提高耐热稳定性和加工性能,是目前优秀的主抗氧剂品种之一,广泛应用于聚丙烯、聚乙烯、聚苯乙烯、ABS 树脂、PBT 树脂、聚氯乙烯、聚酯、聚甲醛、聚酰胺以及各种合成橡胶等高分子材料中,也是各种天然及合成油脂的高级抗氧剂。

因目前我国抗氧剂 1010 企业标准参差不齐,亟待制定统一的行业标准予以规范。

根据国内外抗氧剂 1010 生产企业及用户的产品规格要求,结合我国现行基础、方法标准,并经试验验证而制定本标准。

抗氧化剂 1010

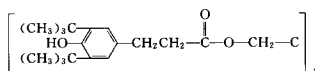
1 范围

本标准规定了四[β(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯(简称抗氧化剂 1010)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,经对位加成后再进行酯交换反应所制备的抗氧化剂 1010。

分子式: $C_{73}H_{108}O_{12}$

结构式:



相对分子质量:1177.66(按 1999 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(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170 数值修约规则

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)

3 要求

抗氧化剂 1010 应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 抗氧化剂 1010 的技术要求

项 目			指 标
外观			白色粉末或颗粒
熔点范围,℃			110.0~125.0
挥发分,%			≤ 0.50
灰分,%			≤ 0.10
溶解性			清澈
透光率	425 nm,%	≥	96.0
	500 nm,%	≥	98.0
主含量,%			≥ 94.0
有效组分,%			≥ 98.0

4 试验方法

本标准中所用试剂未加注明时均为分析纯试剂,实验室用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。
本标准中试验数据的表示应符合 GB/T 1250 的规定,数值的修约应符合 GB/T 8170 的规定。

4.1 外观检查

称取(50±5) g 试料放在 30 cm×30 cm(大约)的白色滤纸上,然后轻轻摊成 20 cm×20 cm(大约)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 的规定进行测定。

4.3 挥发分的测定

4.3.1 原理

利用产品主体与易挥发物之间挥发差异,在鼓风恒温干燥箱中烘至恒量,使试样主体与易挥发物得到分离,用天平称出挥发分的质量。

4.3.2 仪器

4.3.2.1 鼓风恒温干燥箱:可控制温度(105±2)℃。

4.3.2.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

4.3.2.3 干燥器:内装变色硅胶。

4.3.2.4 称量瓶:直径 40 mm,高 25 mm。

4.3.3 分析步骤

在已恒量的称量瓶中,称取试料 3.0 g~3.5 g(精确到 2 mg)置于烘箱中,经(105±2)℃烘 2 h 后,取出放在干燥器内冷却至室温(不得少于 30 min),称量,再烘干 30 min,按上述操作,取出称量瓶,冷却相同时间,称量,直至两次连续称量结果之差不大于 3 mg,取最后一次称量值。

4.3.4 结果计算

挥发分的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——称量瓶及试样在干燥前质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——称量瓶及试样在干燥后质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.3.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值,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%。

4.4 灰分的测定

4.4.1 原理

试样经炭化、高温灼烧,使炭还原成灰,称量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 变色硅胶。

4.4.2.2 盐酸溶液[7647—01—0]:1+1。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 分析天平:感量为 0.000 1 g。

4.4.3.2 高温炉:可控制温度(850±25)℃。

4.4.3.3 坩埚:容积 50 mL~100 mL 的瓷坩埚、石英坩埚、铂坩埚均可。

4.4.3.4 干燥器:内装变色硅胶。

4.4.3.5 可调电炉。

4.4.4 分析步骤

用盐酸溶液浸泡瓷坩埚 24 h(浸泡石英坩埚、铂坩埚 2 h),然后洗净,烘干。将已处理过的坩埚放在高温炉中,在 $(850 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 的试验温度下灼烧 30 min,取出坩埚,在空气中冷却 1 min~3 min,然后移入干燥器中冷却 1 h 至室温,称量(精确到 2 mg)。重复上述试验直至恒量,即两次称量结果之差不大于 0.3 mg。

用已经恒量的坩埚称取 6 g~8 g 的试料(精确到 2 mg),放在电炉上缓缓加热,直到试样全部炭化或挥发;最后将坩埚移入高温炉中,在 $(850 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 的试验温度下灼烧 3 h,取出坩埚,在空气中冷却 1 min~3 min,然后移入干燥器中冷却 1 h 至室温,称量(精确到 2 mg)。重复试验直至恒量,即两次称量结果之差不大于 0.3 mg。

注:在同一试验中,必须使用同一个干燥器,严格控制在空气中和在干燥器中的冷却时间。

4.4.5 结果计算

灰分的质量分数 w_2 ,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——坩埚加灰分质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.4.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的相对平均偏差不得大于 20%。

4.5 溶解性的试验

4.5.1 试剂

甲苯[108—88—3]:经 0.45 μm 滤膜真空过滤。

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:感量为 0.001 g。

4.5.3 分析步骤

在室温下(20°C ~ 25°C),称取 2.5 g(精确到 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。

4.6 透光率的测定

4.6.1 仪器

分光光度计,应符合 GB/T 9721—1988 中第 6 章的规定。

4.6.2 分析步骤

将溶解性试验后的溶液倒入 10 mm 比色皿中,置于分光光度计之内,以甲苯(4.5.1)作参比,在 425 nm 和 500 nm 波长下测量透光率,结果保留一位小数。

4.7 主含量及有效组分的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 乙酸乙酯:色谱纯。

4.7.1.2 甲醇:色谱纯。

4.7.1.3 水:超纯水或二次蒸馏水,符合 GB/T 6682 中一级水规格,加入体积分数为 0.1%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 高效液相色谱仪:具有二元梯度泵、柱温控制箱及可调波长 UV 检测器。

4.7.2.2 记录系统:积分仪或色谱数据处理机。

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 分析天平:感量为 0.000 1 g。

4.7.2.6 容量瓶:50 mL。

4.7.2.7 移液管:25 mL。

4.7.2.8 超声波清洗器。

4.7.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2、表 3 规定。

表 2 色谱操作条件

色谱柱, μm	C18, 5
柱规格, mm	$\phi 4.60\text{ mm}\times 150\text{ mm}$
柱材质	不锈钢
柱温, $^{\circ}\text{C}$	40
流速, mL/min	1.5
检测波长, nm	275
进样量, μL	10

表 3 流动相梯度要求

时间, min	A(水), %	B(甲醇), %
0	10	90
8	0	100
22	0	100

4.7.4 分析步骤(面积归一法)

4.7.4.1 设定操作条件

按表 2、表 3 对色谱仪进行正确设置操作条件,色谱在达到设定的操作条件并稳定,开始进样测定。

4.7.4.2 试料溶液的准备

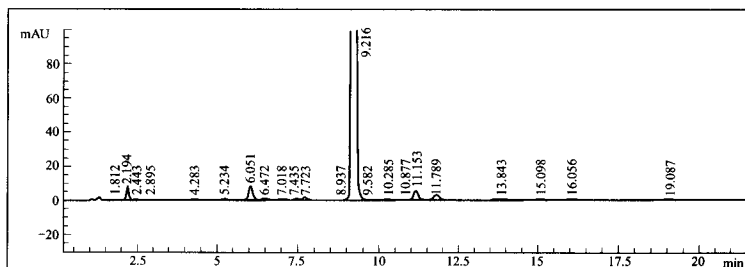
称取 80 mg~100 mg 试料于 50 mL 容量瓶中,加入 25 mL 乙酸乙酯使试样溶解完全,再加入甲醇至刻度,摇匀,超声脱气。

4.7.4.3 试料测定

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

4.7.4.4 典型色谱图

典型色谱图见图 1。



1.812 min—杂质 1; 2.194 min—杂质 2; 9.216 min—1010

图 1 抗氧化剂 1010 在 C18 柱上的典型色谱图

4.7.5 结果计算

4.7.5.1 以质量分数 w_s 表示的抗氧化剂 1010 主含量及其他组分含量,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_s = \frac{A_s}{\sum A_i} \times 100 \quad (3)$$

式中:

A_s ——试样中被测组分的峰面积, $\text{mAU} \cdot \text{s}$;

A_i ——试样中各组分的峰面积, $\text{mAU} \cdot \text{s}$ 。

4.7.5.2 以质量分数 w 表示的有效组分含量,数值以 % 表示,按式(4)计算:

有效组分的质量分数(%) = 100(%) - 挥发分的质量分数(%) - 灰分的质量分数(%)

- 杂质 1 的质量分数(%) - 杂质 2 的质量分数(%) (4)

4.7.6 允许差

对于任一试样,均需进行平行测定,取算术平均值表示其分析结果,主含量及有效组分到一位小数。两次平行测定结果的差值不大于 0.2%。

5 检验规则

5.1 采样

按 GB/T 6679 规定进行采样、制样,所取样品总量不得少于 500 g。

5.2 检验分类

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

5.3 生产厂检验

生产厂应保证每批出厂的抗氧化剂 1010 都符合本标准的要求。

5.4 复验

检验结果若有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装件中采样进行复验,若仍有一项指标不符合本标准要求,则整批产品不能验收。

6 标志、标签和包装

6.1 每个包装上都应附有清晰的标签,其内容包括产品名称、标准代号、生产厂名称、地址、净含量、生产日期、批号。

6.2 每个包装都应有耐久性标志,其内容包括产品名称、生产厂名称、详细地址、邮政编码及电话、贮存标志。

6.3 抗氧化剂 1010 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。

每箱(桶)净含量应符合标识标明值,允许偏差 $\pm 1\%$ 。但是,每批平均净含量不得低于标签标明值。

7 运输、贮存

7.1 运输过程中要轻装、轻卸,有防雨雪和曝晒措施。

7.2 产品应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内,并需下垫垫层,防止受潮。保质期为 12 个月。
