

ICS 71.080.40
G 70/79

T/CSG

甘 肃 省 化 学 会 团 体 标 准

T/CSG 002—2019

3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸

3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-4-hydroxy benzoic acid

2019—08—15 发布

2019—08—15 实施

甘肃省化学会 发布

目 次

前 言.....	I
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 要求.....	1
4 试验方法.....	2
5 检验规则.....	4
6 标志、包装、运输、贮存.....	5

前 言

本标准按照GB/T 1.1 --2009给出的规则起草。

本标准由甘肃省化学学会提出。

本标准由甘肃省精细化工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：甘肃省化工研究院有限责任公司、甘肃创翼检测科技有限公司、兰州精细化工有限责任公司、甘肃省化学学会。

本标准主要起草人：王文正、巨雪霞、刘生丽、刘茵、李春新、解平和、霍利春、李丽丽、张伟、刘晓乐、车彦丽、王丽萍、王昌艳、杨婷。

本标准首次发布。

3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸

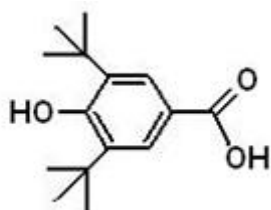
1 范围

本标准规定了3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以2,6-二叔丁基苯酚为主要原料制成的3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸，该产品作为抗氧化剂主要用于压敏复印纸、热感纸等，也可作为带负电荷的静电复印机墨粉电荷调节剂。

分子式：C₁₅H₂₂O₃

结构式：



相对分子质量：250.15（根据2013年国际相对原子质量表）

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 包装储运图示标志

GB/T 6679--2003 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

GB/T 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

JJF1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 要求

3.1 外观：白色或淡黄色粉末，无与产品有关的明显外来杂质。

3.2 技术要求：应符合表1的要求

表1 技术要求

项 目	优级品	I 级品	II 级品
3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸含量, %	≥ 99.0	99.0	98.0
熔 点, °C	206.0~219.0	206.0~219.0	206.0~219.0
挥发分, ω/%	≤ 0.5	0.5	0.5
灼烧残渣, ω/%	≤ 0.2	0.5	0.5
透过率(500nm), T/%	≥ 85	85	70

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T6682 中规定的三级水。

4.2 外观

取适量样品置于洁净的白糖瓷盘中，在自然光线下，用目测其色泽、组织形态、杂质。

4.3 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸含量

4.3.1 方法提要

按照 GB/T 16631 高效液相色谱法通则执行，采用高效液相色谱，以乙腈和 0.5%的乙酸作为洗脱液，通过反相 C₁₈ 色谱柱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

4.3.2 试剂和材料

3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸标样：≥99.0%。

乙腈：色谱纯。

乙酸：优级纯。

去离子水：18.25MΩ·cm。

4.3.3 仪器和设备

高效液相色谱仪，附紫外检测器

色谱工作站。

微量注射器。

超声波发生器。

微孔过滤器：孔径 0.45μm，有机溶剂和水系滤膜。

4.3.4 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸标准液制备

准确称取 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸标样 0.05g(精确至 0.0002g)于 100mL 容量瓶，用流动相定容至刻度，其浓度为 0.5mg/mL 标准储备液。

准确移取 1.00、3.00、5.00、7.00、9.00 mL 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸标准储备液于 50mL 容量瓶，用流动相定容至刻度，制成浓度分别为 0.01、0.03、0.05、0.07、0.09 mg/mL 的 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸标准使用液。

4.3.5 样品预处理

称取 0.05g (精确至 0.0002g) 研细的待测样品于 100mL(V_1)容量瓶中，用流动相稀释至刻度。移液管吸取以上溶液 5mL (V_2)到 50mL (V_3) 容量瓶中，再用流动相稀释至刻度，经 0.45μm 滤膜过滤作为测试液。

4.3.6 色谱条件

检测器：紫外检测器。

色谱柱：5μm 粒度的反相 C₁₈ 填料柱，250mm×4.6mm。

动相：乙腈：水 (含 0.5% 的乙酸) = 84:16 (V/V)。

流速：0.8mL/min。

紫外波长：212nm。

进样量：20μL。

4.3.7 分析步骤

在上述色谱条件下，分别取标准溶液 20 μ L 进行高效液相色谱分析，以峰面积为纵坐标，以标液中 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸浓度为横坐标，绘制标准曲线。

取预处理好的待测试液 20 μ L 进样，以外标法定量。

3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸标准高效液相色谱图参见图 1。

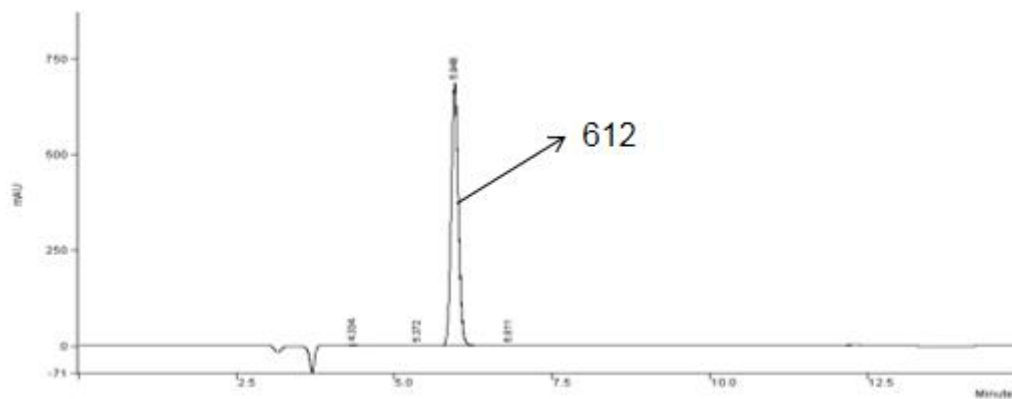


图 1 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸 HPLC 色谱图

4.3.8 结果计算

试样中 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸的含量按下列公式计算：

$$X(\%) = \frac{C \times V_1 \times V_3}{m \times V_2 \times 1000} \times 100$$

式中：

X —— 被测样品中 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸含量，%；

C —— 标准曲线上对应的样品测定液中 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸浓度，mg/mL；

V_1 —— 溶解样品的乙腈溶液体积，mL；

V_2 —— 从 V_1 分取的乙腈溶液体积，mL；

V_3 —— 乙腈溶液最终定容体积，mL；

m —— 称取样品质量，g。

4.3.9 允许误差

两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的差值不大于 0.2%。

4.4 熔点

4.4.1 方法提要

采用数字熔点仪。物质在结晶状态时反射光线，在熔化状态时透射光线，因此物质在熔化过程中随着温度的升高会产生透过度的跃变，仪器采用光电式自动检测熔化过程。

4.4.2 仪器设备

数字熔点仪（温度数显最小示值：0.1℃）。

毛细管采用硬质玻璃制成的一端封闭的管，外径 ϕ 1.4mm,内径 ϕ 1.0mm。

4.4.3 分析步骤

取一长约 800mm 的干燥、洁净的玻璃管，直立于瓷板或玻璃板上。将装有样品的毛细管自上口放入，使其自由落下，反复投落数次，使样品粉末紧密集结于管底，其高度应为 3mm。

开启电源开关等待(2~3)s, 仪器的起始温度设定在低于 200℃(升温速率为 1.0℃/min) 处。当温度稳定后，插入装有样品的毛细管，按设定的升温速率升温进行测定。测试结束后，屏幕自动显示样品的初熔值和终熔值，重复测量 5 次。舍去最大和最小值，取中间 3 个读数的平均值作为测定结果。

4.5 挥发分

4.5.1 方法提要

采用快速水分测定仪。通过红外线加热，除去样品中挥发性物质，即可测得重量损失，最终重量之差即为挥发分含量。

4.5.2 仪器和设备

快速水分测定仪

4.5.3 分析步骤

开启电源开关，设置加热温度为 110℃，仪器预热 15min，称取样品（10~15）g，均匀平铺于样品盘上，关上仪器上盖，按快速水分测定仪自设程序进行升温测定，测定结束后屏幕自动显示样品挥发分含量，重复测定 3 次，取平均值作为测定结果。

4.6 灼烧残渣

按 GB/T 7531 标准规定的方法进行，灼烧温度为（600±25）℃。

4.7 透过率

准确称取待测样品 1.0g(精确至 0.1g),置于 25ml 比色管中,用移液管移入甲醇 12.00mL,使样品完全溶解,混匀。将样品溶液注入 1cm 玻璃比色皿中,甲醇作参比,用分光光度计测定 500nm 波长处透过率。

两次平行测定结果之差值不大于 0.2%，取其算术平均值为测定结果。

5 检验规则

5.1 检验类别及检验项目

每批产品出厂前进行出厂检验，出厂检验项目为表1中的全部技术指标项目。

5.2 组批

由相同生产工艺、相同原料生产的一次交锋的产品视为一批。

5.3 抽样

按照GB/T6679固体化工产品采样通则执行，将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至500 g,再缩分为两份，分装于两个清洁、干燥的密封瓶中，贴上标签，标明生产厂、产品名称、批号、采样日期，一份用于检验，一份用于留样。

5.4 结果判定

5.4.1 本标准中产品质量指标合格判断，采用GB/T8170中的“修约值比较法”。

5.4.2 检验项目的检验结果全部符合本标准要求时，判该批产品合格。

5.4.3 出厂检验时，如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二倍量的包装袋中采取样品进行检验，重新检验结果中，即使有一项指标不符合本标准要求，判该批产品不合格。

5.4.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称及地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、表1中的全部技术技术指标检测值、本标准号和法律法规规定应标注的内容。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

产品外包装上都应贴上牢固、清晰的标志。包装标志上应有以下内容：生产企业名称及地址、产品名称、生产批号、净含量、等级、本标准号、警示说明和储运主要事项，同时应附有产品质量合格的证明。外包装储运图示标志应符合GB/T 191规定。

6.2 包装

产品内包装为塑料袋，封口牢固紧密；外包装为瓦楞纸箱。包装规格为20.0 kg、10.0 kg,每袋净含量允许范围为(20±0.2) kg、(10±0.1) kg，产品的包装计量按JJF1070的规定进行。每批产品平均每袋净含量不得低于20.0 kg、10.0 kg。其他包装形式、包装材料及包装规格也可采用供需双方合同给定的包装规格。

6.3 运输

产品的运输和装卸工具应干净、平整、无突出的尖锐物，以免刺穿、刮破包装件。在运输时应防止日晒、碰撞和雨淋。

6.4 贮存

产品应贮存于场地平整、阴凉、通风干燥的库仓库内，包装件应堆放整齐，中间留有通道，不得倒放，并严格执行先进先出的原则。远离火源和火种。在贮存过程中应防潮、防晒、防破裂。