

ICS 71.080.70
G 70/79

T/CSG

甘 肃 省 化 学 会 团 体 标 准

T/CSG 001—2019

3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯

Hexadecyl-3,5-bis-tert-butyl-4-hydroxybenzoate

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.....	4

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：刘茵、李春新、巨雪霞、李丽丽、何开宇、刘生丽、张伟、刘晓乐、霍利春、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-羟基苯甲酸正十六醇酯

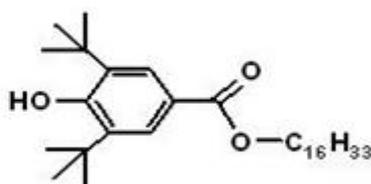
1 范围

本标准规定了以3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸为主要原料，经酯化反应制备的3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯，该产品主要作为PP和PE等聚烯烃塑料的光稳定剂。

分子式： $C_{31}H_{54}O_3$

结构式：



相对分子质量：474.38（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 固体化工产品采样总则

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 9722 化学试剂气相色谱法通则

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		I 级品	II 级品
3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯含量，%	≥	99.0	98.5
熔 点，℃		59.0~63.0	59.0~64.0
挥发分，ω/%	≤	0.5	0.5
灼烧残渣，ω/%	≤	0.2	0.2
透过率，T/%	500nm≥	99	98
	460nm≥	98	97

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有规定，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

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-羟基苯甲酸正十六醇酯含量

4.3.1 方法提要

按照 GB/T 9722 化学试剂气相色谱法通则执行，采用气相色谱，通过石英毛细管柱，分离 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯及各组分，经氢火焰离子化检测器检测，以各色谱峰面积归一化法计算百分含量。

4.3.2 试剂和材料

载气：氮气（纯度 99.99%）。

甲苯：分析纯。

微量注射器：10 μ L。

4.3.3 仪器和设备

气相色谱仪。

氢火焰离子化检测器。

数据处理工作站。

色谱柱：ov-1701 石英毛细管柱 30m \times 0.32mm \times 0.25 μ m。

4.3.4 色谱操作条件

柱温：初始温度 130 $^{\circ}$ C，保持 2min；然后以 30 $^{\circ}$ C/min 的升温速率升至 240 $^{\circ}$ C，保持 3min；再以 15 $^{\circ}$ C/min 的升温速率升温至 300 $^{\circ}$ C，保持 10min。

进样器温度：300 $^{\circ}$ C。

检测器温度：300 $^{\circ}$ C。

灵敏度：10⁻¹²。

压力：10.0 psi。

进样量：0.2 μ L。

4.3.5 分析步骤

称取 1.0g（精确至 0.1g）混合均匀的待测样品，置于 10mL 容量瓶中，用甲苯溶解，稀释至刻度进行气相色谱分析，色谱工作站对分析结果进行处理。3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯气相色谱图参见图 1。

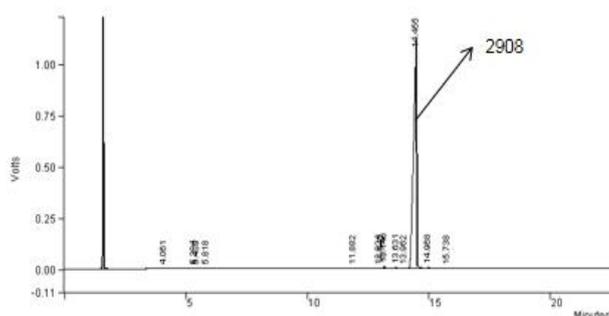


图 1 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯气相色谱图

4.3.6 结果计算

以面积归一化法，计算 3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲酸正十六醇酯相对百分含量。

当采用归一定量时，应满足下列要求：

- a) 色谱图中所显示的色谱峰不能有平头峰和畸变峰；
- b) 进样量应在检测器的线性范围内，所有组分在试验条件下应全部流出，并在检测器上均能产生信号的样品；
- c) 仪器的衰减比值应严格标定。

归一法测定组分的质量分数以 ω_i 计，数值以%表示，按下列公式计算：

$$\omega_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i \cdot A_i)} \times 100 \quad (i=1,2,\dots,n)$$

式中：

f_i — 组分 i 校正因子的数值；

A_i — 组分 i 峰面积的数值，单位为平方厘米 (cm^2) 或为毫伏分 ($\text{mV} \cdot \text{min}$)

4.3.7 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 $\phi 1.4\text{mm}$ ，内径 $\phi 1.0\text{mm}$ 。

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 50℃(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, 设置加热终止温度为 55℃, 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) °C。

4.7 透过率

准确称取待测样品 1.0g (精确至 0.1g), 置于 25mL 具塞比色管中, 用移液管移入甲苯 10.00mL, 使样品完全溶解, 混匀。将样品溶液注入 1cm 玻璃比色皿中, 甲苯作参比, 分光光度计测定样品溶液 460nm、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的要求时, 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的要求时, 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的要求, 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。
