

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

光稳定剂 双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)
癸二酸酯

Light stabilizer—Bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidinyl) sebacate

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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（SAC/TC35/SC12）归口。

本文件负责起草单位：宿迁联盛科技股份有限公司。

本文件参加起草单位：天津利安隆新材料股份有限公司、北京天罡助剂有限责任公司、利安隆凯亚（河北）新材料有限公司、宁波一象吹塑家具有限公司、山西省化工研究所（有限公司）。

本文件主要起草人：项瞻波、林俊义、李玥、张超。

光稳定剂 双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)癸二酸酯

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

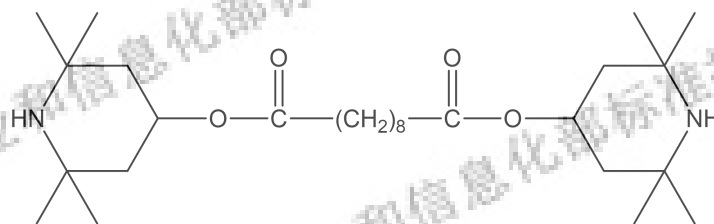
1 范围

本文件规定了光稳定剂双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)癸二酸酯(简称光稳定剂770)的理化性能等技术要求,描述了产品的组批规则、采样、试验方法,规定了标志、包装、运输和贮存等方面的内容。

本文件适用于由癸二酸、四甲基哌啶醇在催化剂作用下发生酯化反应、经后处理得到的光稳定剂770的检验。

分子式: $C_{28}H_{52}N_2O_4$

结构式:



相对分子质量: 480.734 (按2018年国际相对原子质量)

CAS RN: 52829-07-9

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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—2008 包装储运图示标志

GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂 试验方法

JJG 178 紫外、可见、近红外分光光度计

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

光稳定剂770的技术要求应符合表1的规定。

表1 光稳定剂770的技术要求

项目		要求	试验方法
外观		白色粉末或颗粒	5.2
熔点范围/℃		82.0~85.0	5.3
加热减量/%		≤ 0.50	5.4
灰分/%		≤ 0.10	5.5
透光率/%	425nm	≥ 98.5	5.6
	500nm	≥ 99.0	
纯度/%		≥ 99.0	5.7
四甲基哌啶醇含量/%		≤ 0.30	

5 试验方法

5.1 一般规定

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—2008中规定的三级水。
本文件中试验数据的表示和修约规则应符合GB/T 8170—2008中4.3.3修约值比较法的有关规定。

5.2 外观检测

取50g±1g样品，放在约30cm×30cm的白色滤纸上，然后轻轻摊成约20cm×20cm的面积，在自然光线下目测颜色、形状。

5.3 熔点范围的测定

按照GB/T 617-2006的规定进行测定。

两个平行测定值的绝对差值不大于0.5℃，取其算术平均值作为测定结果。

5.4 加热减量的测定

按照GB/T 11409-2008中3.4的规定进行测定。称取样品3g±0.1g，精确至0.0001g，电热恒温干燥箱温度105℃±2℃，干燥时间2h。

5.5 灰分的测定

按照GB/T 11409-2008中3.7的规定进行测定。称取样品5g±0.1g，精确至0.0001g，灼烧温度800℃±25℃，灼烧时间3h。

5.6 透光率的测定

5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 可见分光光度计：应符合 JJG 178 的规定。

5.6.1.2 比色皿：光程为 10mm 标准玻璃比色皿。

5.6.1.3 电子天平：分度值 0.0001g。

5.6.2 试剂

甲苯[108-88-3]：经0.45 μm滤膜真空过滤。

5.6.3 试验步骤

称取样品约2.5g，精确至0.0001g，置于25mL容量瓶中，用甲苯溶解并定容至刻度。完全溶解后倒入10mm比色皿中，置于分光光度计内，以甲苯作参比，在425nm和500nm波长下测量透光率。

5.7 纯度和四甲基哌啶醇含量的测定

5.7.1 方法原理

在一定条件下，将被测样品用微量进样器注入气相色谱气化室中。样品被气化后随载气进入色谱柱中，经色谱柱分离后由氢火焰离子化检测器检测。检测结果在色谱工作站分析和记录，采用面积归一化法定量分析，测得待测组分纯度。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 甲苯[108-88-3]：色谱纯。

5.7.2.2 氮气：纯度（体积分数）≥99.99%。

5.7.2.3 氢气：纯度（体积分数）≥99.99%。

5.7.2.4 空气：干燥无油压缩空气。

5.7.3 仪器设备

5.7.3.1 气相色谱：灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722-2006 的规定，带分流/不分流进样口。

5.7.3.2 色谱柱：石英毛细管柱，长度 30m；内径 0.32mm；膜厚 0.25μm，固定相为 5%苯基+95%甲基聚硅氧烷，或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

5.7.3.3 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

5.7.3.4 色谱工作站。

5.7.3.5 微量进样器：10μL。

5.7.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表2所示。

表 2 色谱操作条件

载气（氮气）流速，mL/min	2
燃烧气（氢气）流速，mL/min	30
助燃气（空气）流速，mL/min	300
分流比	7:1
汽化室温度，℃	310
检测器温度，℃	310

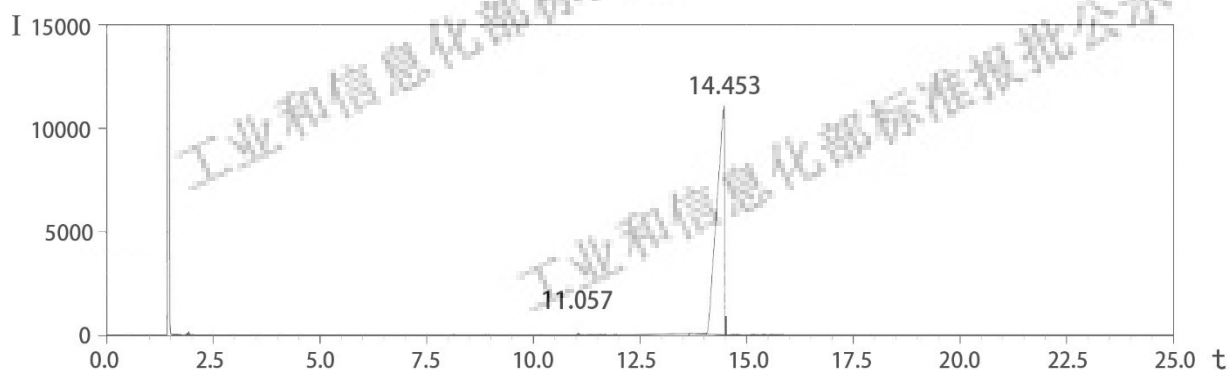
升温程序	初始柱温, °C	150
	初温保持时间, min	5
	升温速率, (°C/min)	20
	最终温度, °C	300
	终温保持时间, min	15
定量方法	面积归一	
注: 上述操作条件中的参数是典型的, 可根据不同仪器特点对给定的参数做适当调整, 以获得最佳效果。		

5.7.5 试验步骤

按表2规定的操作条件对仪器进行正确设定。称取样品 $1\text{g} \pm 0.01\text{g}$, 精确至 0.0001g , 置于烧杯内, 加入 10mL 甲苯, 充分溶解, 待仪器稳定后采用微量进样器进样 $0.2\mu\text{L}$ 。

5.7.6 典型色谱图

光稳定剂770典型色谱图见图1。



标引序号说明:

I —— 响应电流, 单位为皮安 (pA);

t —— 色谱时间, 单位为分钟 (min);

注:

11.057min——四甲基哌啶醇;

14.453min——双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)癸二酸酯。

图1 光稳定剂770典型色谱图

5.7.7 计算公式

纯度或四甲基哌啶醇含量计算见式(1):

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i —— 纯度或四甲基哌啶醇含量;

A_i —— 样品中被测组分的峰面积的数值;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的数值之和。

纯度试验结果修约到小数点后一位，四甲基哌啶醇含量试验结果修约到小数点后两位。

5.7.8 允许差

纯度的两个平行测定值的绝对差值不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

四甲基哌啶醇含量的两个平行测定值的绝对差值不大于0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 出厂检验

表1规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 组批规则

本产品以同一班次生产的均匀产品为一批。

6.3 采样

以批为单位，按GB/T 6679的规定采样。采样量不少于200g，分装于两个清洁、干燥的密封袋中，密封。袋上粘贴标签并注明：生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样人等。一袋用于检验，另一袋保存以备复查。

6.4 合格判定

当出厂检验项目的检验结果全部符合要求时，该批产品合格。若有任何一项不符合要求，应在同批产品中取双倍数量的样品进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合表1的要求，则判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

本产品外包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括：产品名称、本文件编号、生产厂名称、地址、生产日期、批号、净含量等，并按GB/T 191—2008的规定标明“怕晒”、“怕雨”等标志。

7.2 包装

本产品用塑料袋为内包装，以箱、袋或桶为外包装，每个包装净含量为25kg。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、本文件编号、生产厂名称、批号、生产日期及6.1规定检验项目的检验数据等。

7.3 运输

本产品可采用一般运输工具运输。运输时要避免日晒、雨淋。搬运时轻装、轻卸。

7.4 贮存

本产品应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内。

本产品符合本文件规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为12个月。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示