CIESC

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用光稳定剂 119

Chimassorb 119 for industrial use

(征求意见稿)

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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位:。

本文件主要起草人:

工业用光稳定剂 119

警示——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

本文件规定了工业用光稳定剂119的技术要求、试验方法、标志、包装、运输和贮存。

工业用光稳定剂119 的主要成份为1,5,8,12-四[4,6-双(N-丁基-N-1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基氨基)-1,3,5-三嗪-2-基]-1,5,8,12-四氮杂十二烷。

本文件适用于以N,N'-二(3-氨丙基)-1,2-乙二胺、正丁基哌啶胺和三聚氯氰为主要原料制得的工业用光稳定剂119。

分子式: C₁₃₂H₂₅₀N₃₂

相对分子质量: 2285.61 (按2022年国际相对原子质量)。

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 包装储运图示标志
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 617 化学试剂熔点范围测定通用方法
- GB 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位-铂-钴色号)
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- 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
- 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 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 10004 包装用塑料复合膜、袋 干法复合、挤出复合
- GB/T 14187 包装容器 纸桶
- GB/T 16631 高效液相色谱法通则

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

工业用光稳定剂119的技术要求应符合表1的规定。

表1 工业用光稳定剂 119 的技术要求

项 目	指标
外观	白色或淡黄色固体,无可见机械杂质
含量, w/% ≥	85.0

表 1	工业用光稳定剂 119 的技术要求	(症)
120	工业加入心态足加工工和加入小女小	ヘンチ ノ

项目	指标
透光率 425 nm/%	93.0
透光率 500 nm/%	97.0
熔点范围/℃	120.0~150.0
干燥减量, w/%	0.50
灼烧残渣, w/% ≤	0.10
色度(铂-钴)/号	80
[氯/(mg/kg) ≤	500

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件除另有规定,所用试剂均为分析纯试剂;试验中所用制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 603的规定制备。试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定。

5.2 外观的测定

取适量试样置于滤纸上,日光灯或自然光下观察。

5.3 含量的测定

5.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法,在选定的工作条件下,使试样溶液通过色谱柱,使各组分得到分离,用紫外检测器检测,峰面积归一化法定量。

5.3.2 试剂

- 5.3.2.1 甲醇:色谱纯。
- 5.3.2.2 四氢呋喃。
- 5.3.2.3 二乙醇胺。

5.3.3 仪器设备

- 5. 3. 3. 1 高效液相色谱仪: 具有可调波长 UV 检测器,应符合 GB/T 16631 的规定。
- 5.3.3.2 微量进样器: 50 μL 或自动进样器。
- 5.3.3.3 分析天平: 感量 0.0001 g。
- 5.3.3.4 流动相过滤装置。
- 5.3.3.5 超声波清洗器。

5.3.4 色谱操作条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表2,典型色谱图及各组分保留时间参见附录A,其他能够达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

项目	参数
色谱柱固定相	C18
柱长×柱内径×粒径	4.6 m×250 mm×5 μm
柱温/℃	30
检测波长/nm	230
流量/(mL/min)	0.8

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件(续)

项 目	参 数	
进样量/uL	20	
流动相	甲醇一四氢呋喃(体积比 6:4)	

5.3.5 试验步骤

称取 $0.02 \text{ g} \sim 0.03 \text{ g}$ 试样于 20 mL 样品瓶中,加入 2 mL 四氢呋喃,充分振摇至试样完全溶解。移取 0.5 mL 试样溶液至 25 mL 容量瓶中,加入甲醇稀释至刻度,摇匀,超声脱气,待仪器稳定后注入色谱仪中,用色谱工作站记录各组分的峰面积,用面积归一化法计算各组分含量。

5.3.6 结果计算

光稳定剂119含量w1,以%(质量分数)表示,按式(1)计算:

$$w_{\rm l} = \frac{A_{\rm l}}{\sum A_{\rm i}} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

 A_1 ——试样中光稳定剂119的峰面积;

 ΣA_i ——试样各组分的峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果保留到小数点后1位,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2%。

5.4 透光率的测定

5.4.1 试剂和材料

5. 4. 1. 1 甲苯: 经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.2 仪器和设备

- 5. 4. 2. 1 紫外可见分光光度计: 应符合 GB/T 9721 中的规定。
- 5. 4. 2. 2 比色皿: 光程为 10 mm 的石英比色皿。
- 5.4.2.3 分析天平: 感量 0.0001 g。
- 5. 4. 2. 4 容量瓶: 25 mL。

5.4.3 分析步骤

称取2.5 g±0.01 g试样,置于25 mL容量瓶中,用甲苯溶解并定容至刻度。将该溶液注入10 mm比色皿中,置于分光光度计内,以甲苯作参比,在425 nm和500 nm波长下测量透光率。

5.5 熔点范围的测定

按照GB/T 617 的规定进行测定。

5.6 干燥减量的测定

按照GB/T 6284 的规定进行测定。称取3.0 g~3.5 g (精确至0.0001 g),干燥温度为105 ℃±2 ℃。

5.7 灼烧残渣的测定

按照GB/T 7531 的规定进行测定。称取6.0 g~8.0 g(精确至0.0001 g), 灼烧温度为750 ℃±25 ℃。

5.8 色度的测定

按照GB 3143 的规定进行测定。

称取 $10.0 \text{ g}\pm0.1 \text{ g}$ 试样,溶解于100 mL甲苯(甲苯色号要求 ≤ 5)中,待完全溶解后,取100 mL该试样溶液置于比色管中,与色度标准液同置于色度比色架中对比。

5.9 氯的测定

T/CIESC XXXX-XXXX

5.9.1 方法提要

试样由载气带到裂解炉,并在氧气流中燃烧,试样中的氯转化成氯化氢,导入滴定池中吸收。电解电流被加到工作电极(银电极)产生银离子,反应生成氯化银沉淀,电解液中银离子逐渐减少,引起电极电位的变化,银电极不断电解出银离子直至系统平衡。通过测量电解滴定过程中所消耗的电量,依据法拉第定律,计算出试样中的氯含量。

5.9.2 试剂和材料

- 5.9.2.1 氧气: 纯度(体积分数)不低于99.99%。
- 5.9.2.2 氩气: 纯度(体积分数)不低于99.99%。
- 5.9.2.3 硫酸。

5.9.3 仪器和设备

5.9.3.1 元素分析仪。

5.9.4 检测条件

- 5.9.4.1 氧气流量: 300 mL/min。
- 5.9.4.2 氩气流量: 100 mL/min。
- 5.9.4.3 炉温: 1050 ℃。

5.9.5 试验步骤

待仪器基线平稳后,将石英舟放在天平中,归零,加入约5 mg试样,称量记数,精确至0.1 mg。将装有试样的石英舟放入进样系统,进样器将石英舟完全推入燃烧管内,试样汽化后开始燃烧,燃烧产物随着载气进入微库伦滴定池,仪器信号值发生变化,滴定池内置磁力搅拌,使电解液混合均匀。滴定池反应结束,仪器信号回到基线,测定结束。石英舟从燃烧管内部退至进样口处,石英舟冷却后进行下一次试样测定。

5.9.6 结果计算

光稳定剂119中氯含量 w_2 ,以毫克每千克 (mg/kg)表示,按式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{M}{m} \times 1000 \dots \tag{2}$$

式中:

M——微库仑计滴出的氯量,单位为微克(μ g);

m——试样质量,单位为毫克(mg)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果保留到小数点后两位。两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比应不大于15%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章规定的项目均为出厂检验项目,出厂检验每批进行一次。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下,以一次投料生产的产品为一批。

6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6679的规定进行。取样量应不少于100 g,样品混匀后分别装于两个洁净干燥的试样袋中,密封,粘贴标签,注明名称、批号和取样日期,一袋由质量检验部门检验,另一袋保存备查。

6.4 判定

检验结果的判定按照GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时,则判定该批产品合格。检验结果中,如有一项指标不符合本文件要求时,应重新取双倍数量的样品进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求,则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

产品包装桶外应有清晰、牢固的标志¹⁾,内容包括:产品名称、本文件编号、生产厂家名称、地址、生产日期、批号、净重等,并按GB/T 191的规定标明"怕晒""怕雨"等标志。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、生产厂家名称、批号、生产日期及6.1规定检验项目的检验数据等。

7.2 包装

本产品内包装用塑料袋,以箱、桶为外包装,每个包装净重为25 kg。其包装袋应符合GB/T 10004 的规定,包装桶应符合GB/T 14187 的规定。在满足安全要求的情况下,也可按客户要求包装。

7.3 运输

工业用光稳定剂119装卸及运输时,应避光、密封、防潮,轻装轻卸,不与酸或碱性物质混装、混运。

7.4 贮存

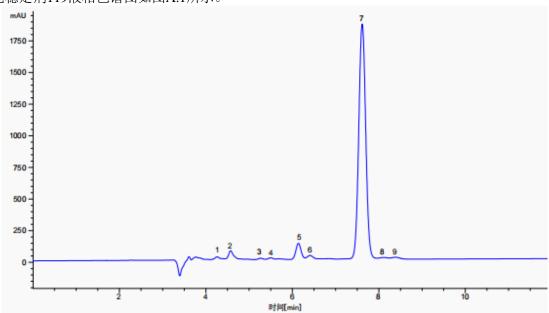
工业用光稳定剂119贮存在避光、通风、干燥的仓库中,产品在符合本文件贮运条件且未启封的情况下,自生产之日起保质期为1年。

¹⁾ 工业用光稳定剂 119 的安全信息参见附录 B。

附 录 A (资料性) 光稳定剂 119 液相色谱图及各组分保留时间

A.1 光稳定剂 119 液相色谱图

光稳定剂119液相色谱图如图A.1所示。



标引序号说明:

- 1 未知杂质1;
- 2——未知杂质2;
- 3—— N^2 , N^2 '-((乙烷-1,2-二基双(氮杂二基))双(丙烷-3,1-二基))双(N^4 , N^6 -二丁基- N^4 , N^6 -双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)-1,3,5-三嗪-2,4,6-三胺);
 - 4——未知杂质3;
- 5—— N^2 -(3-((4,6-双(丁基(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)氨基)-1,3,5-三嗪-2-基)氨基)丙基)- N^2 -(2-((3-((4,6-双(丁基(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)氨基)-1,3,5-三嗪-2-基)氨基)丙基)- N^4 , N^6 -二丁基- N^4 , N^6 -双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)-1,3,5-三嗪-2,4,6-三胺;
 - 6——未知杂质4;
 - 7——光稳定剂119;
 - 8——未知杂质5;
 - 9——未知杂质6。

图A. 1 光稳定剂 119 液相色谱图

A. 2 各组分保留时间

各组分保留时间见表A.1。

表 A. 1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	未知杂质 1	4.260
2	未知杂质 2	4.573
3	N^2, N^2 '-((乙烷-1,2-二基双(氮杂二基))双(丙烷-3,1-二基))双(N^4, N^6 -二丁基- N^4, N^6 -双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)-1,3,5-三嗪-2,4,6-三胺)	5.265
4	未知杂质 3	5.501
5	N^2 -(3-((4,6-双(丁基(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)氨基)-1,3,5-三嗪-2-基)氨基)丙基)- N^2 -(2-((3-((4,6-双(丁基(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)氨基)-1,3,5-三嗪-2-基)氨基)丙基)氨基)乙基)- N^4 , N^6 -二丁基- N^4 , N^6 -双(1,2,2,6,6-五甲基哌啶-4-基)-1,3,5-三嗪-2,4,6-三胺	6.141

T/CIESC XXXX-XXXX

表 A. 1 各组分保留时间(续)

序号	组分名称	保留时间/min
6	未知杂质 4	6.409
7	光稳定剂 119	7.616
8	未知杂质 5	8.110
9	未知杂质 6	8.393

附 录 B (资料性) 安全信息

- **B.** 1 光稳定剂 119 闪点 275 ℃,熔点范围 120 ℃~150 ℃,溶于氯仿、二氯甲烷和甲苯等多种有机溶剂。
- B. 2 光稳定剂 119 在使用时应避免与皮肤接触,并避免吸入或吞食。操作时应穿戴好防护手套和防护眼镜。如发生接触或误服,应立即用大量清水冲洗并就医。
- B. 3 光稳定剂 119 发生着火时,使用水雾、抗性泡沫、干粉或二氧化碳灭火。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到中国化工学会文字上的许可外,不许以任何形式复制该标准。中国化工学会地址:北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层邮政编码:100029 电话:010-64455951 传真:010-64411194 网址:www.ciesc.cn

8