

ICS 71.080.80
CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292

Hindered amine light stabilizer (HALS-292) for industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

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：江苏富比亚化学品有限公司、宿迁联盛科技股份有限公司、北京天罡助剂有限责任公司、山东元利科技有限公司、烟台新秀化学股份有限公司、湖北美峰化学有限公司、宿迁振兴化工有限公司、中国化工情报信息协会。

本文件主要起草人：。

工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292

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。

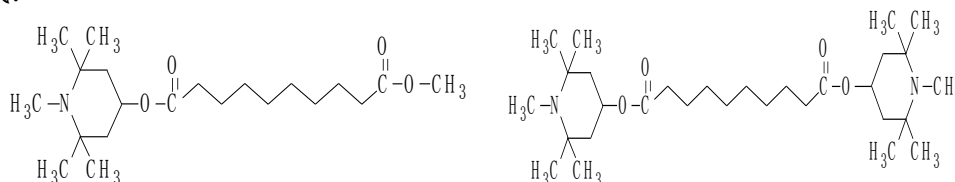
1 范围

本文件规定了工业用受阻胺光稳定剂HALS-292的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以五甲基哌啶醇和癸二酸二甲酯通过合成法制得的工业用受阻胺光稳定剂HALS-292。

分子式： $C_{21}H_{39}NO_4$ （1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶癸二酸甲酯）、 $C_{30}H_{56}N_2O_4$ （双（1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶）癸二酸酯）

结构简式：



相对分子质量：369.5，508.8（按2022年国际相对原子质量）

CAS 登记号：82919-37-7 41556-26-7

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 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- 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 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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

3.1

HALS-292

HALS-292为本产品通用商品名。组成为1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶癸二酸甲酯（简称单酯）和双（1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶）癸二酸酯（简称双酯）的混合物。

4 技术要求

工业用受阻胺光稳定剂HALS-292的技术要求应符合表1的规定。

表1 工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292 的技术要求

项目	指标
外观	无色至淡黄色粘稠透明液体
有效组分, w/%	≥ 96.0
单酯, w/%	20.0±5.0
双酯, w/%	76.0±5.0
透光率 425nm, %	≥ 98.0
透光率 500nm, %	≥ 99.0
挥发分, w/%	≤ 0.5
灰分, w/%	≤ 0.1
色度(铂-钴色号)/号	≤ 50

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。

5.2 外观检查

取适量样品置于50 mL干燥的具塞比色管内，日光灯或自然光下径向透视观察。

5.3 单酯、双酯及有效组分含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法，试样经汽化通过毛细管色谱柱，使主组分其有机杂质分离，使用氢火焰离子化检测器（FID）进行检测，采用面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.3 空气：经活性炭和分子筛净化。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID），仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：10 μL。

5.3.3.4 分析天平：感量 0.0001 g。

5.3.4 试验条件

推荐的毛细管色谱柱和典型操作条件见表2，典型色谱图及各组分保留时间见附录A，其他能够达到同等分离效果的色谱柱和操作条件也可使用。

表2 推荐的气相色谱仪典型操作条件

项目	参数
固定相	5%-苯基-95%甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚	30 m×0.32 mm×0.25 μm
汽化室温度/°C	310

表2 推荐的气相色谱仪典型操作条件(续)

项 目	参 数
检测器温度/℃	310
柱箱温度/℃	初始温度180℃, 保持3 min, 后以10℃/min升温至290℃, 保持10 min
载气(N ₂)流量/(mL/min)	2
氢气流量/(mL/min)	40
空气流量/(mL/min)	400
进样量/μL	0.5
分流比	60:1

5.3.5 分析步骤

准确称取0.5 g(精确至0.0001 g)样品,用10 mL乙醇溶解。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量进样器将溶液注入色谱仪,待各组分流完毕,扣除溶剂峰面积,用峰面积归一法定量。

5.3.6 结果计算

5.3.6.1 受阻胺光稳定剂 HALS-292 中单酯、双酯的含量 w_i ,以%(质量分数)表示,按式(1)计算:

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

式中:

A_i ——试样中各组分的峰面积;

$\sum A_i$ ——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一位,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

5.3.6.2 有效组分 w_i ,以%(质量分数)表示,按式(2)计算:

$$w_i = w_a + w_b \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_a ——试样中的单酯含量(质量分数), %;

w_b ——试样中的双酯含量(质量分数), %。

5.4 透光率的测定

5.4.1 试剂和材料

5.4.1.1 甲苯。

5.4.2 仪器和设备

5.4.2.1 紫外分光光度计。

5.4.2.2 石英比色皿: 1 cm。

5.4.2.3 分析天平: 感量 0.01 g。

5.4.2.4 容量瓶: 10 mL。

5.4.3 分析步骤

称取1 g样品(精确至0.01g),放入10 mL容量瓶中,用甲苯溶解并定容。将紫外分光光度计波长分别调到425 nm、500 nm处,以甲苯为参比溶液,按照GB/T 9721的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,在相应测定波长下两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.5 挥发分的测定

5.5.1 仪器和设备

5.5.1.1 称量瓶,直径 50mm,高 30mm。

5.5.1.2 电热恒温鼓风干燥箱,温度可控制在 120℃±2℃。

5.5.1.3 分析天平：感量 0.0001 g。

5.5.1.4 干燥器。

5.5.2 试验步骤

准确称取5 g~10 g样品（精确至0.0001 g）于预先干燥并恒重的称量瓶中，置于120 °C电热鼓风干燥箱中干燥1 h，取出，在干燥器中冷却至室温，称重，做平行试验，测试结果取其平均值。

5.5.3 结果计算

挥发分的含量 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（3）计算：

$$w_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

m ——干燥前试样的质量，单位为克（g）；

m_1 ——干燥后试样的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于算术平均值的10%。

5.6 灰分的测定

称取约10 g样品（精确至0.0001 g），灼烧温度为650 °C ± 25 °C。按照GB/T 7531 规定的方法进行测定。

5.7 色度的测定

按照GB/T 605的规定进行测定。

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，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 6680的规定进行，采样量200mL。样品混匀后分别装于两个洁净干燥的具有磨口塞的250mL玻璃瓶或聚乙烯瓶中，密封，粘贴标签，注明名称、批号和取样日期，一瓶由质量检验部门检验，另一瓶保存备查。

6.4 判定

检验结果的判定采用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，应重新从两倍量的包装单元中取样进行复验。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

工业用受阻胺光稳定剂HALS-292产品包装桶外应有牢固的标志¹⁾，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、生产批号或审查日期、净含量、本文件编号。

7.2 包装

1) 工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292 安全部分的内容参见附录 B。

工业用受阻胺光稳定剂HALS-292产品应采用25kg塑料桶进行包装。在满足安全要求的情况下，也可按客户要求包装。

7.3 运输

工业用受阻胺光稳定剂HALS-292装卸及运输时，应密闭，轻装轻卸，不与强酸、强碱、强氧化剂混放。

7.4 贮存

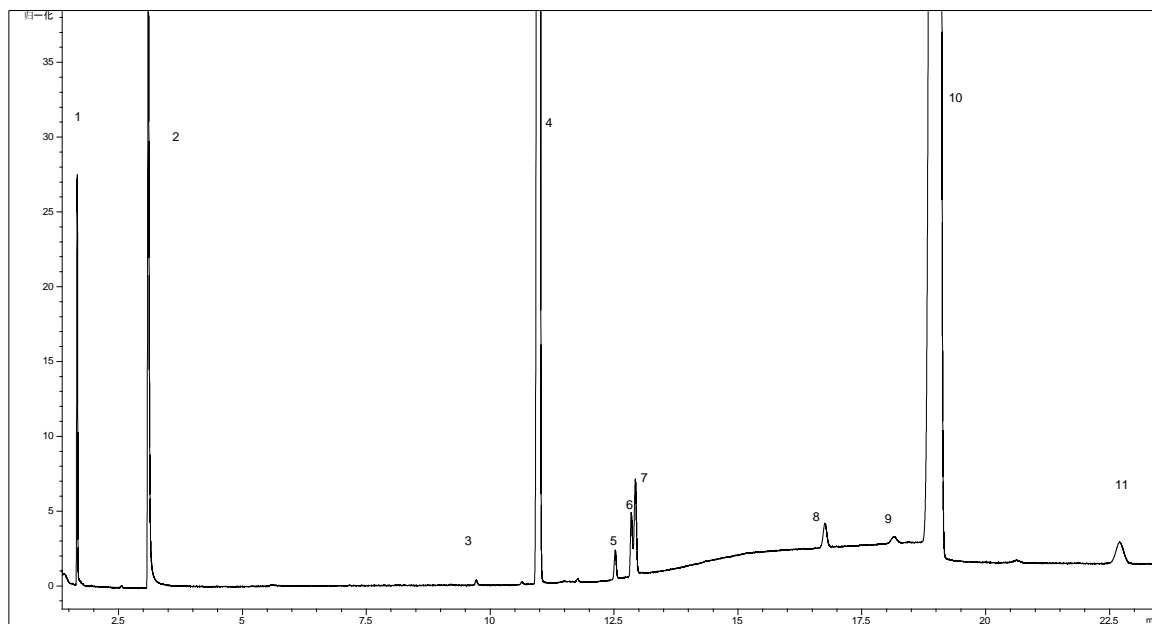
工业用受阻胺光稳定剂HALS-292应贮存在阴凉、通风、干燥、防静电的仓库中。

附录 A (资料性)

受阻胺光稳定剂 HALS-292 的典型色谱图及各组分保留时间

A.1 受阻胺光稳定剂 HALS-292 的典型色谱图

受阻胺光稳定剂 HALS-292 典型色谱图如图 A.1 所示。



标引序号说明：

- 1——五甲基哌啶醇；
- 2——癸二酸二甲酯；
- 3——未知杂质1；
- 4——单酯；
- 5——未知杂质2；
- 6——未知杂质3；
- 7——未知杂质4；
- 8——未知杂质5；
- 9——未知杂质6；
- 10——双酯；
- 11——未知杂质7。

图A.1 受阻胺光稳定剂 HALS-292 典型色谱图

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	五甲基哌啶醇	1.66
2	癸二酸二甲酯	3.10
3	未知杂质 1	9.72
4	单酯	10.98
5	未知杂质 2	12.52

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 3	12.84
7	未知杂质 4	12.93
8	未知杂质 5	16.76
9	未知杂质 6	18.15
10	双酯	19.04
11	未知杂质 7	22.71

附录 B
(资料性)
安全信息

- B.1 工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292 沸点为 350 °C，闪点为 92 °C，熔点为 4 °C，不溶于水，溶于乙醇、甲苯等多种有机溶剂。
- B.2 工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292 是无色至淡黄色透明液体。对眼睛、黏膜和皮肤有刺激作用，操作时应穿戴好劳动防护用品。若不慎溅入眼睛、皮肤，应立即用大量清水或生理盐水冲洗，必要时就医。
- B.3 工业用受阻胺光稳定剂 HALS-292 发生着火时，用水雾，耐醇泡沫，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