

ICS 71.080.60
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 2, 2, 6, 6-四甲基-4-哌啶醇

2, 2, 6, 6-Tetramethyl-4-piperidinol 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这些专利的责任。

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 2, 2, 6, 6-四甲基-4-哌啶醇

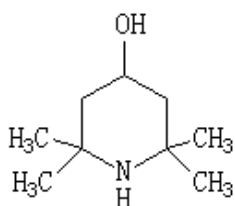
警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业用 2, 2, 6, 6-四甲基-4-哌啶醇（以下简称四甲基哌啶醇）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 2, 2, 6, 6-四甲基-4-哌啶酮为原料经加氢制得的四甲基哌啶醇。该产品主要用于合成受阻胺光稳定剂。

分子式：C₉H₁₉ON



结构简式：

相对分子质量：157.25（按 2018 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂-钴色号）
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- 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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

工业用四甲基哌啶醇产品的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目			指 标
外观			白色结晶或白色粉末
含量, w/%			≥ 99.5
色度(铂-钴)/号			≤ 10
透光率/%	425 nm	≥	98.5
	500 nm	≥	99.0
灰分, w/%			≤ 0.10
水分, w/%			≤ 0.10
熔点/℃			128.0~132.0

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,所有试剂的纯度应为分析纯,试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

5.2 外观的测定

取适量样品,置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下目视检查。

5.3 含量的测定

5.3.1 方法原理

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样汽化后通过色谱柱,使各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测,用面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氮气:纯度不低于 99.999%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.2 氢气：纯度不低于 99.999%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，能进行毛细管柱分析的气相色谱仪。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。

5.3.3.2 记录仪：色谱工作站。

5.3.3.3 微量注射器：10 μL。

5.3.3.4 分析天平：感量为 0.01 g。

5.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2，典型色谱图及各组分保留时间参见附录 A 中的图 A.1 和表 A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
固 定 相	(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.25 μm
柱 温 /℃	初始温度 110 ℃，保持 1 min，以 15 ℃/min 升至 230 ℃，保持 3 min
汽化室温度/℃	230
检测器温度/℃	280
载气（氮气）流量/（mL/min）	30
燃烧气（氢气）流量/（mL/min）	30
助燃气（空气）流量/（mL/min）	300
分 流 比	10:1
进样量/μL	1.0

5.3.5 分析步骤

称取 0.5 g（精确至 0.01 g）样品于样品瓶中，用 10 mL 无水乙醇溶解，摇匀，启动仪器，待仪器各项操作条件稳定后，将 1 μL 样品注入进样口中，用色谱工作站进行结果处理。

5.3.6 结果计算

采用面积归一化法，以质量分数 w_s （%）表示四甲基哌啶醇的含量，按公式（1）进行计算。

$$w_s = \frac{A_s}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_s ——四甲基哌啶醇峰面积的数值；

$\sum A_i$ ——试样中各组分峰面积的数值之和（稀释剂乙醇色谱峰不积分）。

5.3.7 允许误差

T/CIESC XXXX-XXXX

在重复性条件下，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 0.2%。

5.4 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定，称取试样5g(精确至0.01 g)于50 mL比色管中，用无水乙醇溶解并定容，摇匀测定。

5.5 透光率的测定

5.5.1 仪器设备

5.5.1.1 可见分光光度计。

5.5.1.2 容量瓶:50 mL。

5.5.2 操作步骤

称取试样5 g(精确至0.01 g)于50 mL容量瓶中，用无水乙醇溶解并定容，用分光光度计测定。以无水乙醇为空白，分别在425 nm处、500 nm处，测定样品的透光率。

5.5.3 允许误差

在重复性条件下，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 0.3%。

5.6 灰分的测定

按GB/T 7531的规定进行测定，称样量5.0 g(精确至0.0001 g)，高温炉温度为(650±25) °C。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.04%。

5.7 水分的测定

按GB/T 6283规定的直接电量滴定法进行测定，取其算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.04%。

5.8 熔点的测定

按GB/T 21781规定进行测定，取其算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果之差不大于0.5 °C。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章的全部项目为出厂检验项目，由生产厂的质量检验部门进行检验。

6.2 组批

产品以同等质量的同一天产品为一批次。同一批次不大于 50 t。

6.3 采样

产品采样应按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行，所采试样总量不得少于 200 g。将样品混合均匀后，分装于两个清洁、干燥的磨口瓶中，粘贴标签并注明：产品名称、采样日期、批号、采样人姓名等。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

6.4 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 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。检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求，则应重新采双倍量的样品进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的，则整批产品应为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品每个包装件上都应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、净含量、生产厂家、厂址、批号、生产日期、执行标准编号、“禁用手钩”、“怕雨”标志¹⁾。图示标志应符合 GB/T 191 规定。

7.2 包装

产品采用编织袋内衬塑料袋包装。每袋净含量 25 kg。也可根据用户需求采用其他包装。

7.3 运输

产品运输时应避免日晒，防潮防雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 产品应储存在干燥的库房内，注意避光，防高温，防止潮湿或变质。

7.4.2 产品的保质期自生产之日起 12 个月。超过贮存期后，按本文件规定检验合格后仍可使用。

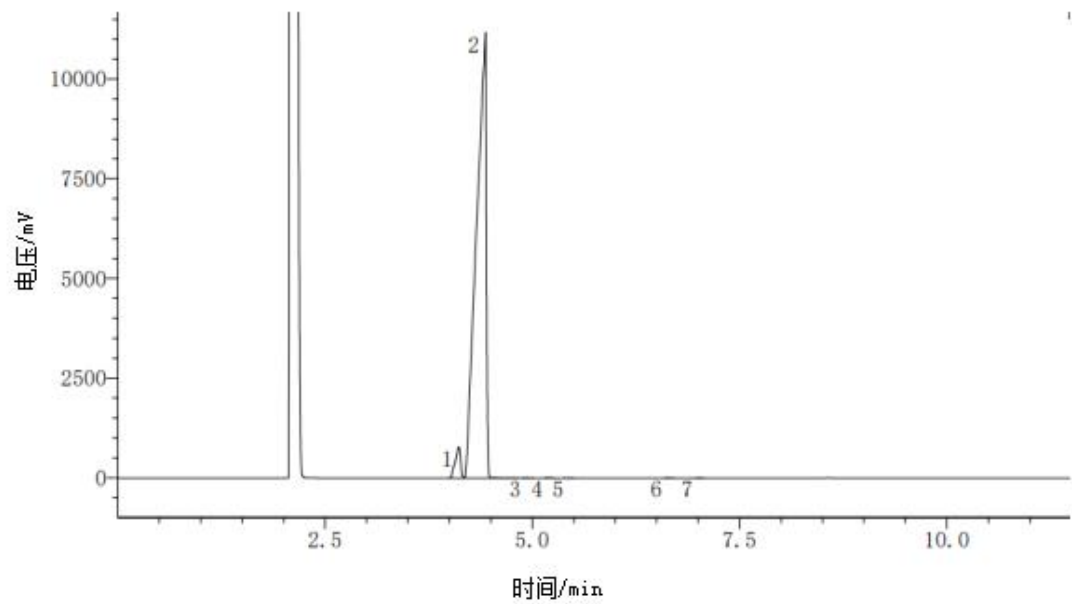
1) 工业用四甲基嘧啶安全部分内容见附录 B。

附 录 A
(资料性)

四甲基哌啶醇典型色谱图和各组分保留时间

A.1 四甲基哌啶醇典型色谱图

四甲基哌啶醇典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

- 1——四甲基哌啶酮；
- 2——四甲基哌啶醇；
- 3——未知杂质 1；
- 4——未知杂质 2；
- 5——未知杂质 3；
- 6——未知杂质 4；
- 7——未知杂质 5；

图 A.1 四甲基哌啶醇典型色谱图

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	四甲基哌啶酮	4.129
2	四甲基哌啶醇	4.421
3	未知杂质 1	4.933
4	未知杂质 2	5.199

表 A.1 各组分保留时间（续）

序号	组分名称	保留时间/min
5	未知杂质 3	5.451
6	未知杂质 4	6.638
7	未知杂质 5	7.011

附 录 B

(资料性)

安全

B.1 工业用四甲基哌啶醇对皮肤有刺激性。长时间接触引起恶心、头晕、头痛和胃肠功能紊乱。易燃，遇高热、明火及强氧化剂引起燃烧。

B.2 工业用四甲基哌啶醇应密闭操作，局部排风，使用防爆型的通风系统和设备。操作人员应经过专门培训，严格遵守操作规程。如皮肤接触，脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤；若有灼伤，就医治疗；如眼睛接触，立即提起眼睑，用大量流动的清水或生理盐水冲洗至少 15min 并就医；如吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸通畅，呼吸有困难时给输氧并就医。

B.3 若发生燃烧，应采用干粉，泡沫，雾状水，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