

ICS 71.100.40
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 4-羟基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶氮
氧自由基

4-Hydroxy-2, 2, 6, 6-tetramethyl-piperidinoxy 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：宿迁联盛科技股份有限公司、利安隆凯亚（河北）新材料有限公司、北京天罡助剂有限责任公司、潍坊新材料有限公司、宿迁振兴化工有限公司、烟台新秀化学股份有限公司、江苏太湖新材料控股有限公司、中国化工情报信息协会。

本文件主要起草人：

工业用 4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基

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。

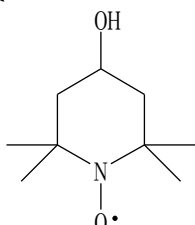
1 范围

本文件规定了工业用4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以四甲基哌啶醇和过氧化氢为主要原料合成制得的4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基。

化学式： $C_9H_{18}NO_2$

结构简式：



相对分子质量：172.25（按2022年国际相对原子质量）

CAS登记号：2226-96-2

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 包装贮运图示标志
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- 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 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 技术要求

工业用4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基的技术要求应符合表1的规定。

表1 工业用 4-羟基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶氮氧自由基的技术要求

项目	指标
外观	橘红色结晶粉末或片状固体
纯度, w/%	≥ 99.0
熔点范围/°C	69.0~72.0
灰分, w/%	≤ 0.10
水分, w/%	≤ 0.50

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

除非另有规定，本文件仅使用分析纯试剂和符合GB/T 6682中规定的三级水。

5.2 外观的测定

取适量样品置于滤纸上，日光灯或自然光下目测。

5.3 4-羟基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶氮氧自由基纯度的测定

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，使样品得到分离，使用氢火焰离子化检测器(FID)进行检测，采用峰面积归一化法定量。

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：干燥无油压缩空气。

5.3.2.4 无水乙醇。

5.3.3 仪器

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：1 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%甲基聚硅氧烷的石英毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚	30 m×0.32 mm×0.25 μm
汽化室温度/°C	250
检测器温度/°C	280

表2 推荐的气相色谱仪典型操作条件（续）

项 目	参 数
柱箱温度/℃	初始温度80 ℃，保持1 min，以10 ℃/min升温至280 ℃，保持10 min
载气（N ₂ ）流量/(mL/min)	2
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
进样量/μL	0.2
分流比	7: 1

5.3.5 分析步骤

称取约0.5 g样品（精确至0.0001g），加入4 mL无水乙醇，充分混匀，使样品完全溶解。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用微量进样器取试样溶液注入色谱仪，待各组分流完，用色谱工作站进行结果处理，扣除溶剂峰面积，用峰面积归一化法定量。

5.3.6 结果计算

4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基的含量 w_i ，以%（质量分数）计，按式（1）计算：

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

式中：

A_i ——样品中4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基的峰面积；

$\sum A_i$ ——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0.2%。

5.4 熔点的测定

按照GB/T 617 规定的方法进行测定。

5.5 灰分的测定

称取5 g样品（精确至0.0001 g），灼烧温度为750 ℃±25 ℃。按照GB/T 7531规定的方法进行测定。

5.6 水分的测定

按照GB/T 6283 规定的进行测定，采用直接电量滴定法。

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 6679的规定进行。取样量不少于200 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，应在同批产品中取双倍数量的

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

产品外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、保质期、本文件编号和GB/T 191的规定标明“怕晒”“怕雨”等标志。。

7.2 包装

工业用4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基产品用聚乙烯塑料袋为内包装，以纸板桶或箱为外包装，规格为25 kg/桶（箱）。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4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基产品可采用一般运输工具运输。运输时应避免日晒、雨淋。搬运时轻装、轻卸。不与酸或碱性物质混装、混运。

7.4 贮存

工业用4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基应贮存在阴凉、通风、干燥、避光的仓库中。

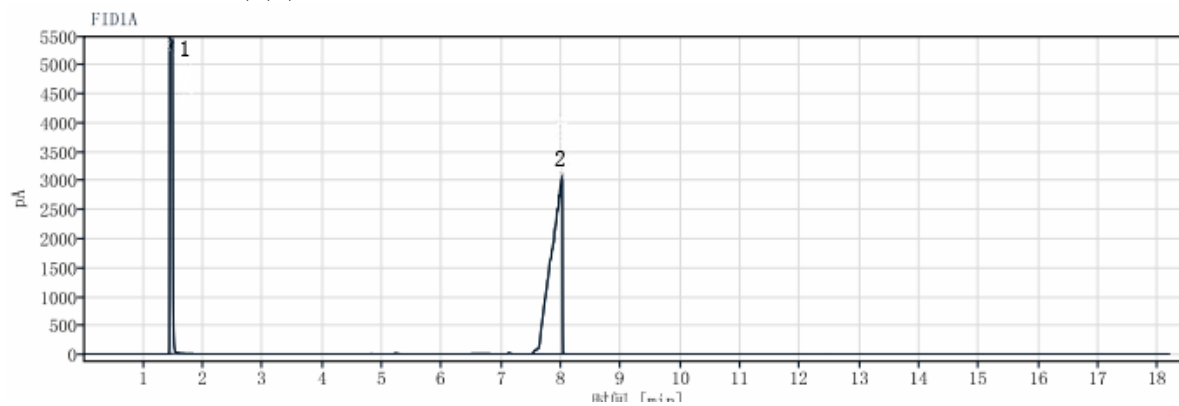
1) 工业用 4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基安全部分的信息参见附录 B。

附录 A
(资料性)

工业用 4-羟基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶氮氧自由基的典型色谱图及各组分保留时间

A.1 工业用 4-羟基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶氮氧自由基的典型色谱图

工业用 4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基典型色谱图如图 A.1 所示。



标引序号说明：

1——无水乙醇；

2——4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基。

图 A.1 工业用 4-羟基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶氮氧自由基典型色谱图

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	无水乙醇	1.443
2	4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基	8.010

附 录 B
(资料性)
安全

B.1 工业用 4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基对眼睛、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.2 工业用 4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶氮氧自由基发生着火时，采用干粉、抗乙醇泡沫、雾状水或二氧化碳灭火。

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