

《工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶》

编制说明

（征求意见稿）

编制单位：宿迁市振兴化工有限公司

中国化工情报信息协会

编制日期：2024 年 11 月

《工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶》

编制说明

一、任务来源

本标准由中国化工学会提出并归口，由宿迁市振兴化工有限公司和中国化工情报信息协会联合牵头制定。

二、标准制定的目的和意义

4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶产品（英文简称 TAD），又称 2,2,6,6-四甲基-4-哌啶胺，现无国家及行业标准，4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶广泛应用于受阻胺光稳定剂的中间体和制药中间体，用途如锦纶和尼龙光稳定剂 SEED，本品生产制造商较多，目前各企业均按照自行制定的企业标准组织生产。同时又由于生产制造商及其客户对产品的质量要求相对统一，指定团体标准将具有深远的意义，也将能够更好的促进整个 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶行业的进一步发展。

暂未查询到 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的国际标准和国外标准，国内无国家标准、行业标准和团体标准。目前各企业制定有企业标准。本标准不涉及知识产权问题，没有对应的国际标准或国外先进标准。

氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶工业化生产方法主要采用四甲基哌啶酮为原料，通入液氨和氢气还原，在一定条件下以骨架镍为催化剂进行氨化和加氢反应，得到粗品，再经过精馏分离得到 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶产品。

目前，国外生产 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的企业有德国赛、巴斯夫、旭化成、圣莱科特等。我国是全球 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的净出口国和主要生产国。国内生产企业有宿迁市振兴化工有限公司、宿迁联盛科技股份有限公司、福建帝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、安徽新秀化学股份有限公司等，年生产能力在 5000-8000 吨，国内生产的 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶均有出口。4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶作为受阻胺类光稳定剂的核心单体，其需求与聚合物材料、医药中间体等领域的发展直接相关。随着新能源材料、生物医药等领域的快速发展，4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的市场需求将持续增长。

目前我国尚无工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的相关产品标准，为提高产品质量，规范国内市场秩序，急需制订出统一的“工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶”产品质量标准，建立统一试验方法、质量规格、技术要求，推动生产企业的良性发展，消除质量隐患。

三、起草工作简要过程

按照中国化工学会标准制修订程序的要求，《工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶》团体标准的编制完成了以下工作：

（一）资料的收集

在标准编制过程中，起草工作组收集了以下资料：

GB/T 191 包装储运图示标志

GB 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 6680 液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 8170 数字修约规则与极限数值表示和判断

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13508 聚乙烯吹塑容器

（二）标准的起草

1. 2022 年 4 月，《工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶》团体标准正式立项。2022 年 6 月至 2022 年 9 月，项目组完成标准的前期预研工作，联系生产企业、科研单位以及下游用户等，对标准的有关问题进行调研和分析。

2. 2024 年 3 月，召开标准启动会，成立起草工作组，正式启动《工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶》的团体标准编制工作，根据启动会企业代表意见，修改完成《工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶》工作组第一稿。

3. 2024 年 3 月至 2024 年 8 月，工作组成员根据启动会讨论内容和要求，开展验证试验，按照标准指标项要求，开展了产品指标数据验证试验，并在此基础上统一各方意见，形成标准征求意见稿。

（三）主要参加单位和工作组成员

标准牵头单位为宿迁市振兴化工有限公司、中国化工情报信息协会，工作组成员包括宿迁联盛科技股份有限公司、福建帝盛科技股份有限公司、北京天罡助剂有限责任公司、安徽新秀化学股份有限公司、利安隆凯亚（河北）新材料有限公司。具体情况如表 1 所示。

表 1 主要参加单位和工作组成员表

成员姓名	所在单位	专业方向	邮箱
柯友斌	宿迁市振兴化工有限公司	技术研发管理	ke-youbin@zxchem.cn
徐傲峰	宿迁市振兴化工有限公司	企业管理	mikexu@lintong.com
刘雷	宿迁市振兴化工有限公司	物理化学	liu-lei@lintong.com
张瑞	宿迁联盛科技股份有限公司	化工	zhangrui@china944.com
周志强	福建帝盛科技股份有限公司	化工	qiangzhizhou@sina.com
夏跃雄	福建帝盛科技股份有限公司	分析	xyx@dishengchem.com
刘霞	北京天罡助剂有限责任公司	分析化学	liuxia@tiangang.com
马忠宁	安徽新秀化学股份有限公司	化学工程与工艺	Marico.m@sunshows.com.cn

成员姓名	所在单位	专业方向	邮箱
齐晓冉	利安隆凯亚（河北）新材料有限公司	化工	qixiaoran@rianlon.com
王国明	利安隆凯亚（河北）新材料有限公司	化工	wangguoming@rianlon.com

四、编写原则和确定标准主要内容的依据

（一）标准的编写原则

本标准编制遵循经济社会发展需求原则、技术先进和经济合理原则、适应贸易全球化需求原则、维护公众利益原则、协商一致原则、广泛参与和公开透明原则。

本标准的编制结合了生产企业工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的制备工艺流程、产品检验检测方法、试验数据等有关资料,在借鉴已有经验的基础上,提出了工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等要求。

（二）确定标准主要内容的依据

1. 指标项的确定

工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶指标的设定,主要考虑工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶外观、含量、水分、色度指标的影响。

外观: 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的外观与其纯度和杂质含量直接相关。外观的变化可能是其纯度发生了变化或者引入了别的杂质。外观还会影响到其应用性能。所以将外观设定为指标项。

含量: 含量指标是衡量 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的生产工艺（如精馏、结晶等纯化步骤）是否达标的核心指标）。通过监控含量,生产企业可以反向优化和改进生产工艺。含量也是对产品进行分级的依据。因此,设置了含量指标。

水分: 控制 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶水分,可以最大限度地延缓产品自身的氧化和降解,可以防止 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶生产过程中产生副反应和引起催化剂中毒,还可以防止生产过程中对设备的腐蚀。此外, 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶作为化工材料中间体,如果其水分过高,还会影响到下游产品的质量和使用。因此,将水分作为指标项。

色度: 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的色度能直接、灵敏地反映产品的化学纯度和氧化降解程度。通过测定产品的色度,可以预测产品的储存稳定性。此外,通过测定产品的色度,能够确保下游产品的性能和外观品质。因此,将色度作为指标项。

2. 试验方法的确定

对已有国行标的试验方法,直接引用。主含量的测定采用气相色谱法。对比各参编单位的色谱分析方法（见附录 A）确定本标准的色谱分析方法。在选定的工作条件下,将试样气化后通过色谱柱,使待测定的各组分分离,用氢火焰离子化检测器（FID）检测,采用面积归一化法计算各组分含量。水分测定采用卡尔·费休法。色度测定采用铂-钴比色法。

3. 指标值的设定

本标准指标值的设定是在搜集的各企业的企标指标（见表 2）和工作组成员单位提供的企业实际生产数据的基础上，综合行业实际情况设定，技术指标数据见表 3，各企业实验数据见附录 B 至附录 E。

表 2 行业内企业 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶企标指标对比

项 目	南京振兴精细化工企标	福建帝盛股份企标	宿迁盛瑞新材料企标	北京天罡助剂企标		安徽新秀化学企标	宿迁振兴化工企标
				优级品	合格品		
外观	无色至浅黄色液体	无色至浅黄色液体	无色至浅黄色液体	无色至浅黄色液体	无色至浅黄色液体	无色至浅黄色液体	无色至浅黄色液体
含量，w/% $\geq$	99.0	99.5	99.5	99.0	98.0	99.0	99.0
水分，w/% $\leq$	0.50	0.50	0.30	0.20	0.50	0.50	0.50
色度/ Hazen 单位（铂-钴色号） $\leq$	25	25	20	15	30	25	30

表 3 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶指标要求

项 目	指 标
外观	无色或淡黄色液体
含量，w/% $\geq$	99.50
水分，w/% $\leq$	0.50
色度/ Hazen 单位（铂-钴色号） $\leq$	25

五、技术经济分析论证和预期的经济效益

本标准的制定，有助于进一步规范行业秩序，提升行业质量水平，促进行业技术水平的不断提升。标准实施后有助于增强行业的国际竞争力，促进国内企业的出口，为国内企业创造更大的利润空间。

六、采用国际标准和国外先进标准情况及水平对比

起草单位对国内外标准资料进行了收集工作，目前未检索到有关工业用 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶的国外标准。

七、与现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

该标准严格遵循国务院印发的《深化标准化工作改革方案》和《国家标准化发展纲要》中关于培育和发展团体标准的各项改革措施要求，同时与国家标准化委员会修改标准化法和《关于培育和发展团体标准的指导意见》相协调，从而确保该标准可为相关法律法规的制定和实施提供支撑。

该标准在制定过程中，以尽量直接引用的方式与相关现行标准实现协调和衔接。

八、贯彻实施标准的措施和建议

本标准制定后，将统一各生产企业的产品质量标准，希望各生产企业严格执行标准的要求，共同维护行业的发展。

九、其他应予以说明的事项

无。

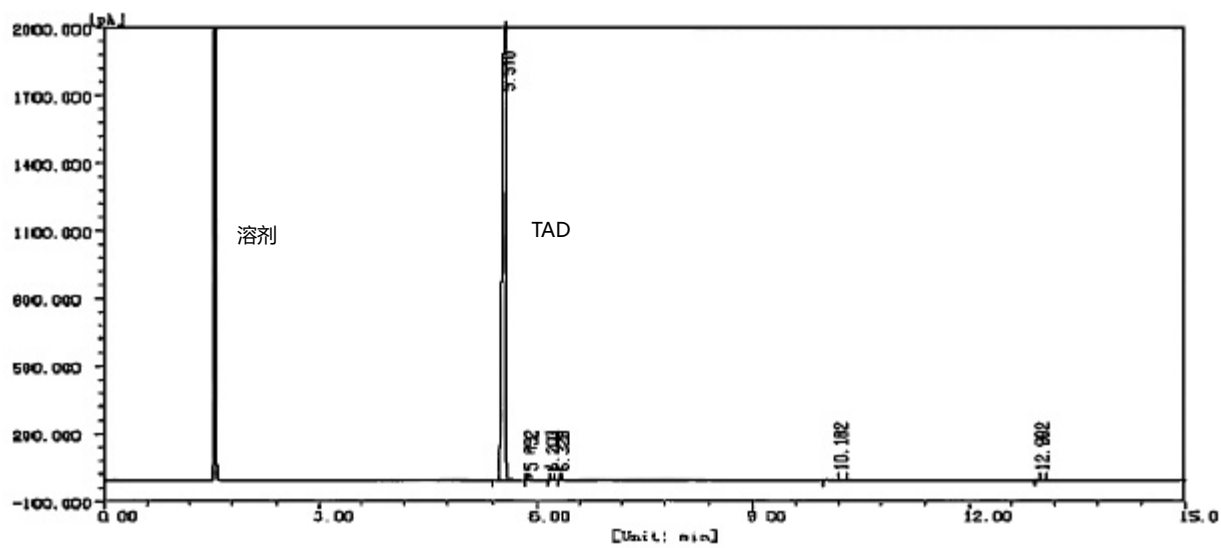
附录 A 各参编单位色谱分析方法对比

表 A.1 各参编单位色谱分析方法对比

公司名称	宿迁市振兴化工有限公司	宿迁联盛科技股份有限公司	福建帝盛科技股份有限公司	安徽新秀化学股份有限公司	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
色谱柱固定相	(14%-氰丙基-苯基)-甲基	5%苯基+95%甲基聚硅氧烷	OV1701 7%氰丙基-7%苯基	RB-1	5%苯基+95%二甲基聚硅	HP-5
柱长×柱内径×液膜厚	30 m×0.32 mm×0.25 μm	30 m×0.32 mm×0.25 μm	30m×0.53 mm×xx μm	30 m×0.25 mm×0.32 μm	30 m×0.32 mm×0.25 μm	30 m×0.32 mm×0.25 μm
柱温	程序升温条件:初始温度 100 ℃ (1min)---12 ℃ /min7-220℃ (20 min)	初始温度 80℃, 保持 1min; 以 10℃ /min 的升温速率升温至 110℃, 保持 2min; 再以 2℃ /min 的升温速率升温至 130℃, 保持 3min; 然后以 10℃ /min 的升温速率升至 280℃。	初始温度120℃, 保持1min; 以20℃/min升温速率升温至 230℃, 保持15min	初始温度:70℃ ; 保持1min; 升温速度:15℃ /min; 最终温度:230℃; 终温 持续 时间:5min。	初始温度:80℃ , 保持 3min , 升 温 速 率 15min/℃, 终温 230℃, 保持 3min。	初 始 温 度 115℃ 保 持 1min, 升温速率 25℃/min 升温至 235℃保持 3min。
柱流量	1.2 mL/min	2.0 mL/min	1.5 mL/min	1.0 mL/min	1.0 ml/min	2.0 mL/min
检测器	FID	FID	FID	FID	FID	FID
检测器温度	260℃	300℃	220℃	260℃	290℃	250℃
汽化温度	250℃	280℃	240℃	260℃	250℃	230℃
进样量	0.4ul	1.0ul	0.2 ul	0.2 ul	0.2 μ l	0.2 ul
分流比	10:1	40:1	20:1	50:1	30:1	5:1
计算方法	色谱面积归一法	色谱面积归一法	色谱面积归一法	色谱面积归一法	色谱面积归一法	色谱面积归一法

附录 B 宿迁联盛科技股份有限公司试验数据

B.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶含量检测试验



按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。

B.2 指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 B.1 所示。

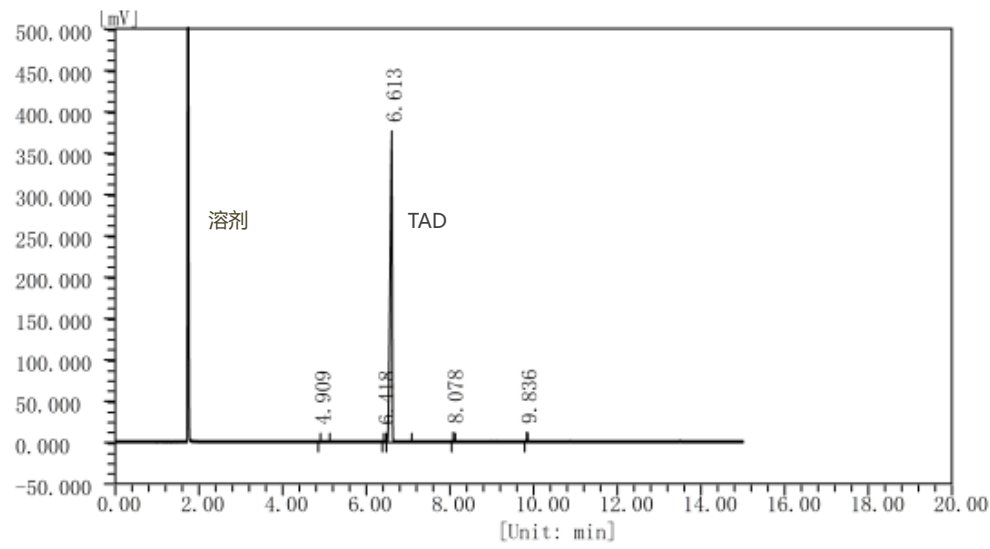
表 B.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶试验数据(宿迁联盛科技)

批号 数值	指标要求	1	2	3	TAD 4	5	6	7	8	9	10
外观	无色或微黄色液体	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色
含量, w/%	99.50	99.82	99.85	99.85	99.83	99.79	99.80	99.61	99.81	99.80	99.81
水分, w/%	0.50	0.25	0.14	0.21	0.15	0.13	0.20	0.13	0.20	0.13	0.17
色度/Hazen 单位	25	1.4	1.9	2.6	2.2	1.9	1.8	1.9	1.9	2.8	1.5

附录 C 福建帝盛科技股份有限公司试验数据

C.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶含量检测试验

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。



C.2 指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 C.1 所示。

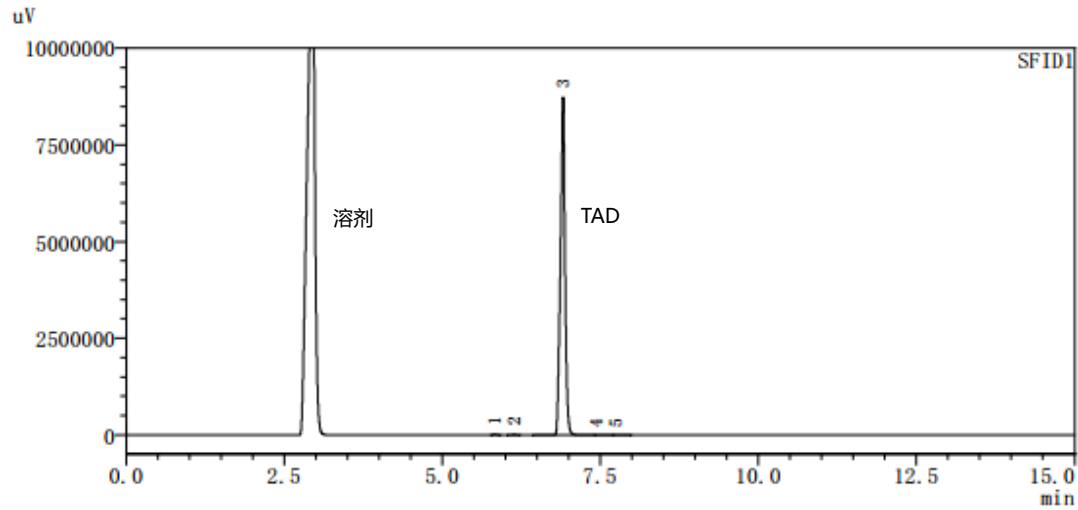
表 C.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶试验数据 (福建帝盛科技)

批号 数值	指标要求	DS-TA D-001 2	DS-TA D-003	DS-TA D-001 4	DS-TA D-001 5	DS-TA D-001 6	DS-TA D-001 7	DS-TA D-001 8	DS-TA D-001 9	DS-TA D-002 0	DS-TA D-002 1
外观	无色或微黄色液体	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色
含量, w/%	99.50	99.52	99.62	99.56	99.59	99.57	99.60	99.52	99.61	99.54	99.53
水分, w/%	0.50	0.22	0.30	0.29	0.24	0.28	0.31	0.22	0.30	0.26	0.28
色度/Hazen 单位	25	9	10	6	8	8	8	6	6	7	8

附录 D 北京天罡助剂有限责任公司试验数据

D.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶含量检测试验

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。



D.2 指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 D.1 所示。

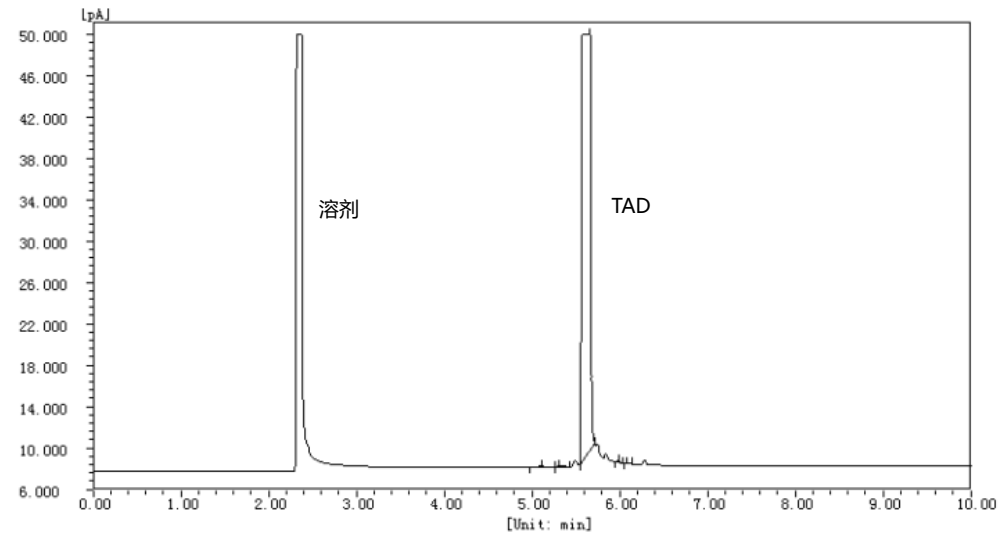
表 D.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶试验数据 (北京天罡助剂)

批号 数值	指标要求	202408 01	202408 02	202408 03	202408 04	202408 05	202408 06	202408 07	202408 08	202408 09	202408 10
外观	无色或微黄色液体	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色	无色
含量, w/%	99.50	99.75	99.75	99.71	99.72	99.67	99.62	99.61	99.77	99.58	99.73
水分, w/%	0.50	0.12	0.07	0.09	0.09	0.05	0.04	0.13	0.07	0.08	0.05
色度/Hazen 单位	25	9	9	9	9	9	9	9	9	9	9

附录 E 宿迁市振兴化工有限公司试验数据

E.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶含量检测试验

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。



E.2 指标检测验证

其他指标检测验证均按照标准要求试验方法进行，具体数据如表 E.1 所示。

表 E.1 工业用 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶试验数据 (宿迁市振兴化工)

数值 批号	外观	含量, w/%	水分, w/%	色度/Hazen 单位
040 混合样	无色透明液体	99.93	0.1	5
039 混合样	无色透明液体	99.94	0.1	5
038 混合样	无色透明液体	99.94	0.1	5
020 大罐	无色透明液体	99.95	0.1	5
037 混合样	无色透明液体	99.93	0.11	5
036 混合样	无色透明液体	99.94	0.1	5
035 混合样	无色透明液体	99.92	0.11	5
019 大罐	无色透明液体	99.93	0.15	5
033 混合样	无色透明液体	99.93	0.08	5
032 混合样	无色透明液体	99.93	0.1	5
指标要求	无色透明液体	99.5	0.5	25

E.3 重复性试验数据

对同一批次的 4-氨基-2,2,6,6-四甲基哌啶产品重复测定 8 次，测定数据如表 E.2 所示。

表 E.2 4-氨基-2, 2, 6, 6-四甲基哌啶重复性试验数据

	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次	第 7 次	第 8 次	平均值	标准偏差
含量, w/%	99.86	99.84	99.84	99.84	99.83	99.84	99.85	99.84	99.843	0.009
水分, w/%	0.05	0.05	0.05	0.06	0.05	0.06	0.06	0.07	0.056	0.007
色度/Hazen 单位	6	6	6	6	6	6	6	6	6	0