

工业邻苯二甲酸二辛酯

代替 GB/T 11406—1989

Di-(2-ethylhexyl)phthalate for industrial use

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

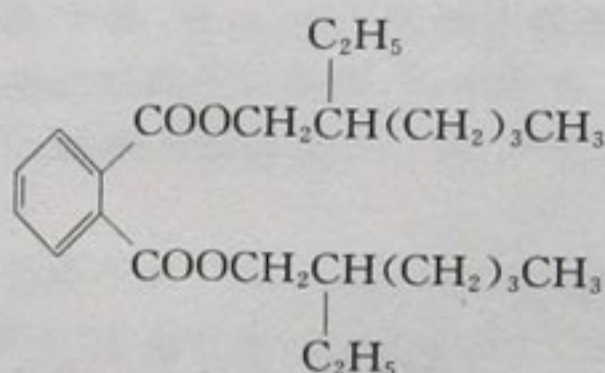
1 范围

本标准规定了工业邻苯二甲酸二辛酯的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于邻苯二甲酸酐与辛醇(2-乙基己醇)经酯化法制得的邻苯二甲酸二辛酯。其主要用于塑料、橡胶、油漆及乳化剂等工业中。

分子式： $C_{24}H_{38}O_4$

结构式：



相对分子质量：390.56(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 1664—1995 增塑剂外观色度的测定
- GB/T 1672—1988 液体增塑剂体积电阻率的测定
- GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 6489.1~6489.4—2001 工业用邻苯二甲酸酯类的检验方法
- GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 8170—1987 数值修约规则
- GB/T 11133—1989 液体石油产品水含量测定法(卡尔·费休法)

3 要求

3.1 外观：透明、无可见杂质的油状液体。

3.2 工业邻苯二甲酸二辛酯应符合表 1 要求。

表 1 工业邻苯二甲酸二辛酯的技术指标

项目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度,(铂-钴)号	≤ 30	40	60
纯度,%	≥ 99.5	99.0	
密度(20℃),g/cm ³	0.982~0.988		
酸度(以苯二甲酸计),%	≤ 0.010	0.015	0.030
水分,%	≤ 0.10	0.15	
闪点,℃	≥ 196	192	
体积电阻率,×10 ⁹ Ω·m	≥ 1.0	1)	—

1) 根据用户需要,由供需双方协商,可增加体积电阻率指标。

4 试验方法

本标准中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,按 GB/T 601、GB/T 603 之规定配制。试验用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

4.1 色度的测定

按 GB/T 1664 之规定进行测定。

4.2 纯度的测定

4.2.1 原理

取适量样品注入气相色谱仪,由载气带入色谱柱进行分离,流出物以氢焰离子化检测器检测,并记录色谱图,用面积归一化法直接求出邻苯二甲酸二辛酯的纯度。

4.2.2 试剂与材料

载气和辅助气:

- 氮气:纯度不小于 99.99%;
- 氢气:纯度不小于 99.99%;
- 压缩空气:经净化处理。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 气相色谱仪:检测器:氢火焰离子化检测器。

4.2.3.2 色谱柱

- 石英毛细管柱:0.53 mm × 15 m × 0.1 μm 商品柱,固定液是苯基(50%)甲基聚硅氧烷(OV-17)。
- 石英毛细管柱老化:将毛细管柱装在色谱仪柱箱中,检查气密性后,自柱温 100℃ 开始通氮气分段老化,升温到 270℃ 时,老化 7 小时以上,直至基线稳定。

4.2.3.3 进样器:10 μL 微量玻璃注射器。

4.2.3.4 积分仪或色谱数据处理机

4.2.4 操作步骤

4.2.4.1 按下列条件调整仪器,允许根据不同仪器作适当变动,应得到合适的分离度。

柱温采用程序升温:

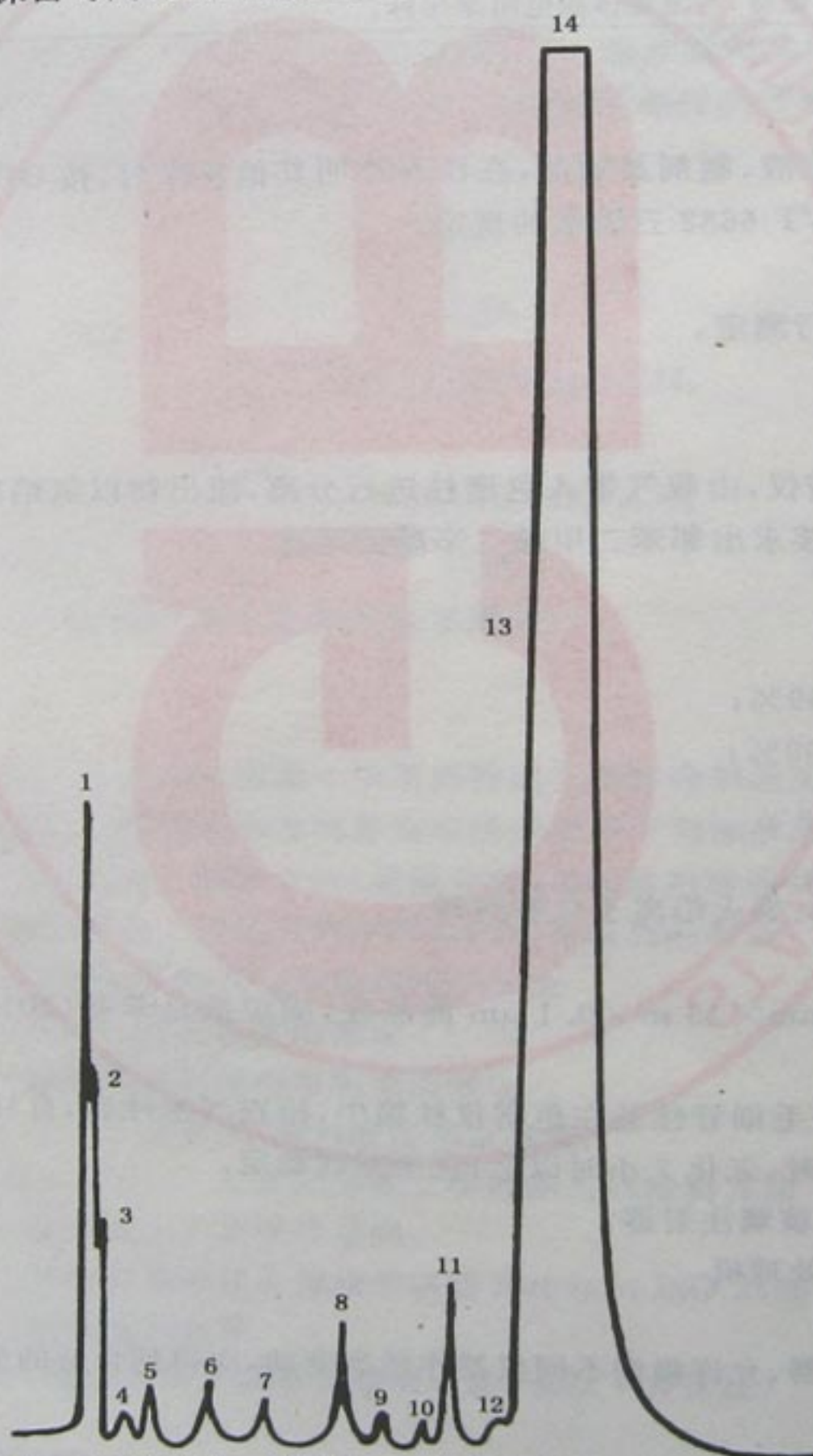
- 初始温度:150℃;
- 初始持续时间:2 min;
- 升温速度:10℃/min;
- 最终温度:240℃;

- e) 终温持续时间:10 min;
- f) 气化室温度:260℃;
- g) 检测室温度:260℃;
- h) 氮气流速:30 mL/min;
- i) 氢气流速:30 mL/min;
- j) 空气流速:300 mL/min。

4.2.4.2 计算方法:面积归一化法。

4.2.4.3 试验:按上述规定调整仪器,待基线稳定后,用微量注射器进样,同时启动积分仪或数据处理机,由仪器自动给出各组分面积百分比,如果仪器的线性范围能满足归一化法定量分析的要求,且样品纯度约在98%以上,则可以直接测定邻苯二甲酸二辛酯的纯度。否则不能测定其绝对纯度。

4.2.4.4 色谱图及相对保留时间:色谱图见图1。



- 1—2-乙基己醇;2—丁酸辛酸;3—未知峰;4—二辛基酯;5—苯酐;6—苯甲酸辛酸;7—未知峰;
 8—邻苯二甲酸二丁酯;9—未知峰;10—未知峰;11—邻苯二甲酸丁辛酯;12—未知峰;
 13—邻苯二甲酸二异辛酯;14—邻苯二甲酸二辛酯

图1 工业邻苯二甲酸二辛酯色谱图

相对保留时间见表 2。

表 2 各组分在色谱柱(OV—17)上的相对保留时间

峰序	组分	相对保留时间/min
1	2-乙基己醇	0.24
2	丁酸辛酯	0.38
3	未知峰	0.47
4	二辛基酯	0.69
5	苯酐	1.34
6	苯甲酸辛酯	2.49
7	未知峰	4.24
8	邻苯二甲酸二丁酯	5.11
9	未知峰	6.02
10	未知峰	6.75
11	邻苯二甲酸丁辛酯	7.16
12	未知峰	8.21
13	邻苯二甲酸二异辛酯	8.70
14	邻苯二甲酸二辛酯	9.52

4.2.4.5 分析结果的表述

邻苯二甲酸二辛酯含量 X_1 , 用质量百分数表示, 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A}{A + \sum A_i} \times (100 - X_5), \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: A ——试样中邻苯二甲酸二辛酯的峰面积, mm^2 ;

$\sum A_i$ ——试样中各杂质峰面积之和, mm^2 ;

X_5 ——试样中水含量, %。

4.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.15%, 以两次平行测定值的算术平均值作为该试样的纯度。

4.2.6 检测限

最低检测浓度 0.002%。

4.3 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.2 韦氏天平法之规定进行测定。

4.4 酸度的测定

按 GB/T 6489.2—2001 进行。

4.5 水分的测定

按 GB/T 11133 之规定进行测定。

4.6 闪点的测定

按 GB/T 6489.4—2001 进行。

4.7 体积电阻率的测定

按 GB/T 1672 之规定进行测定。

5 检验规则

5.1 本产品应由生产厂的质检部门进行检验, 生产厂保证出厂产品各项指标符合本标准要求, 并应附

有一定格式的质量证明书。证明书包括生产厂名、产品名称、等级、批号、生产日期及标准编号。

5.2 收货单位有权按照本标准规定的技术条件、检验规则、试验方法对所收到的邻苯二甲酸二辛酯进行验收(自生产之日起,有效质量保证期为三个月)。

5.3 本产品以一个贮罐产品或一次包装的均匀产品为一批。

5.4 按照 GB/T 6680 的规定进行采样,取样量不得少于 1 000 mL。混合均匀后,分装入两个洁净干燥的磨口瓶中,粘贴标签注明:产品名称、取样日期、批号、取样者,一瓶进行检验,另一瓶保留三个月,以备检查。

5.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新取样;如果是桶包装,应自两倍量的包装容器中取样进行复检。所得结果,即使只有一项指标不符合标准要求时,则整批产品为不合格产品。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,仲裁单位可由双方协商选定并按本标准规定的试验方法进行检验。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

每个包装容器上应涂刷标志,内容包括生产厂名、产品名称、净含量。每个包装桶上都应粘贴出厂合格证,注明生产厂名、产品名称、批号、级别、和包装日期。

6.2 包装

邻苯二甲酸二辛酯应装入牢固、干燥、清洁的 200 L 容量的镀锌铁桶或钢桶中。桶盖的螺丝口应用清洁聚乙烯或无色橡胶圈进行密封,以防止漏损。产品散装容器也必须满足上述要求。

6.3 运输、贮存

邻苯二甲酸二辛酯应贮存在干燥、通风的仓库或货棚内,运输过程应防止猛烈撞击。