

前 言

本标准是对国家标准 GB/T 11406—1989《工业邻苯二甲酸二辛酯》的修订。

本标准与 GB/T 11406—1989 的主要技术差异为：

——去掉了“热处理后色度”、“加热减量”两项技术指标，增加了“水分”一项技术指标，“酯含量”改为“纯度”。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 11406—1989。

本标准由国家石油化学工业局提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会归口。

本标准主要起草单位：山东齐鲁增塑剂股份有限公司。

本标准主要起草人：周建秀、李艳、韩邦友、邢光全。

本标准首次发布于 1989 年 3 月 27 日。

中华人民共和国国家标准

GB/T 11406—2001

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。

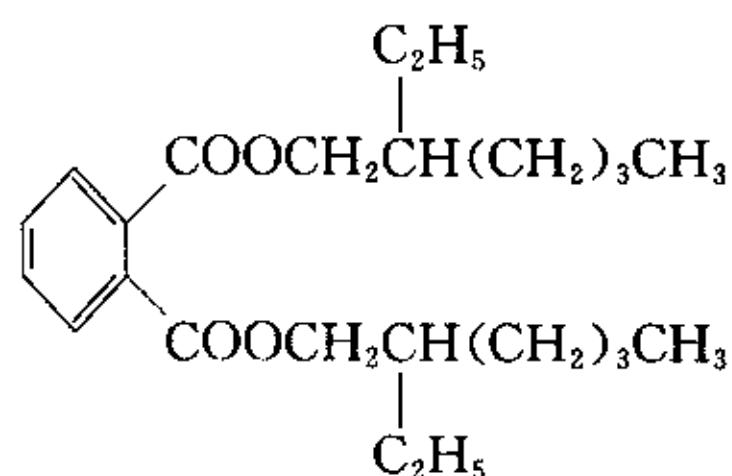
1 范围

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。

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-08-28 批准

2002-05-01 实施

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 \leq	30	40	60
纯度, % \geq	99.5	99.0	
密度(20℃), g/cm ³	0.982~0.988		
酸度(以苯二甲酸计), % \leq	0.010	0.015	0.030
水分, % \leq	0.10	0.15	
闪点, C \geq	196	192	
体积电阻率, $\times 10^9 \Omega \cdot m$ \geq	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:

- a) 氮气: 纯度不小于 99.99%;
- b) 氢气: 纯度不小于 99.99%;
- c) 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

- a) 石英毛细管柱: 0.53 mm \times 15 m \times 0.1 μ m 商品柱, 固定液是苯基(50%)甲基聚硅氧烷(OV-17)。
- b) 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 μ L 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:

- a) 初始温度: 150℃;
- b) 初始持续时间: 2 min;
- c) 升温速度: 10 °C/min;
- d) 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—苯甲酸辛酯;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。