

ICS 71.080.80

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用磷酸三辛酯

Tri(2-ethylhexyl) phosphate 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：

本文件主要起草人：

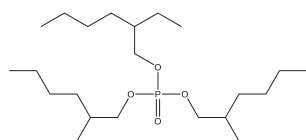
# 工业用磷酸三辛酯

**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磷酸三辛酯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以三氯氧磷和 2-乙基己醇为原料制得的磷酸三辛酯。

分子式： $C_{24}H_{51}O_4P$



结构式：

相对分子质量：434.64（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 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 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定
- 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 6541 石油产品油对水界面张力测定法（圆环法）
- 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 技术要求

### 4.1 外观

工业用磷酸三辛酯为透明、无可见杂质的油状液体。

## 4.2 要求

工业用磷酸三辛酯的技术要求见表1。

表1 工业用磷酸三辛酯的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	
磷酸三辛酯, w/%	≥	99.0	
辛醇, w/%	≤	0.10	0.15
磷酸二辛酯, w/%	≤	0.10	0.20
色度(铂-钴)/号	≤	20	30
酸值/(mgKOH/g)	≤	0.10	0.20
界面张力(20℃~25℃)/(mN/m)	≥	18	
水分, w/%	≤	0.10	0.20
密度(20℃)/(g/cm <sup>3</sup> )		0.921~0.927	

## 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

取 50 mL 产品试样,置于清洁、干燥的比色管中,在日光或日光灯透射下,直接目测。

### 5.3 磷酸三辛酯、辛醇、磷酸二辛酯的测定

#### 5.3.1 方法提要

工业用磷酸三辛酯样品经重氮甲烷-乙醚溶液进行预处理后,将其中的磷酸二辛酯杂质转化成磷酸二(2-乙基己基)甲基酯,待乙醚挥发后加入三氯甲烷溶剂,然后把样品注入色谱仪,使待测定的诸组分分离,用氢火焰离子化检测器(FID)检测,以保留时间定性,以面积归一化法定量。

#### 5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 氮气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.2.2 氢气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.2.3 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.2.4 标准样品:*N*-亚硝基-*N*-甲基-对甲苯磺酰胺。

5.3.2.5 乙醚。

5.3.2.6 三氯甲烷。

5.3.2.7 重氮甲烷-乙醚溶液:取 5 g 的重氮甲烷溶于 15 mL 无水乙醚中,使其完全溶匀,现用现配。

### 5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有分流装置及氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 进样器：自动进样器或 1 μL 注射器。

### 5.3.4 试验条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分保留时间参见附录 A。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项目	参数
色谱柱固定相	5%苯基甲基聚硅氧烷、95%二甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚	30 m×0.25 mm×0.25 μm
汽化室温度/℃	280
检测器温度/℃	280
柱温/℃	初始温度 150 ℃，保持 2 min，以 10 ℃/min 的速度升至 280 ℃，保持 10 min
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	40
载气(氮气)流量/(mL/min)	25
分流比	60:1
进样量/μL	0.2

### 5.3.5 试验步骤

5.3.5.1 样品预处理：向 2 mL 试样的样品瓶中滴入制备好的重氮甲烷-乙醚溶液，不断摇动样品瓶，至试样完全反应，溶液变黄且无气泡为止。然后将样品瓶置于通风柜中，待乙醚完全挥发样品由黄色转变为无色，样品再用 2 mL 三氯甲烷溶剂溶解。

5.3.5.2 启动气相色谱仪，按表 2 所列色谱操作条件调试仪器，待仪器稳定后进行测定。用色谱工作站记录各组分的峰面积，除去溶剂峰，各组分用面积归一化法定量。

### 5.3.6 结果计算

磷酸三辛酯、辛醇、磷酸二辛酯的含量 ( $w_i$ )，以% (质量分数) 表示，按式(1)计算：

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

式中：

$A_i$  ——磷酸三辛酯、辛醇、磷酸二辛酯的峰面积；

$\sum A_i$  ——各组分峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，磷酸三辛酯的计算结果保留到小数点后二位，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.15%；辛醇、磷酸二辛酯的计算结果保留到小数点后三位，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.010%。

#### 5.4 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定。

#### 5.5 酸值的测定

按附录B的规定进行测定。

#### 5.6 密度的测定

按GB/T 4472-2011中4.3.2的规定进行测定。

允许差：取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后四位。两次平行测定结果之差值应不大于 $0.0005\text{g}/\text{cm}^3$ 。

#### 5.7 界面张力的测定

按GB/T 6541的规定进行测定。

#### 5.8 水分的测定

按GB/T 6283的规定进行测定。

允许差：取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后三位。两次平行测定结果之差值应不大于 $0.005\%$ 。

### 6 检验规则

#### 6.1 出厂检验

本文件第4章规定的全部项目均为出厂检验项目。

#### 6.2 组批

工业用磷酸三辛酯以同等质量的均匀产品为一批，当日同一成品槽灌装的包装可视为一批，每批最大不超过150 t。

#### 6.3 采样

按GB/T 6678和GB/T 6680中的规定确定采样单元数和采样方法。所采试样总量不得少于1000 mL。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、检验日期、批号、检验人姓名等。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

#### 6.4 判定规则

检验结果的判定采用GB/T 8170修约值比较法进行，检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求，桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验，罐装产品应重新多点采样或两倍量采样进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的相应等级品要求，则该批产品为不合格。

### 7 标志、包装、运输和贮存

#### 7.1 标志

包装桶上应涂刷明显的标志<sup>1)</sup>，内容包括：产品名称、生产厂名、净重等，也可按顾客要求涂刷标志。包装桶上应贴有合格证，内容包括：产品名称、商标、等级、生产厂名、厂址、标准号、批号、净重等。也可按顾客要求进行标识。

## 7.2 包装

本产品应装入牢固、干燥、清洁、内无机械杂质的铁桶中。在符合有关规定的情况下，也可按顾客要求进行包装。包装要求密封，防止漏损。

## 7.3 运输和贮存

7.3.1 运输过程中应防止猛烈撞击。

7.3.2 本产品应存放于通风、干燥、阴凉的仓库或货棚中。贮存期为一年。超过贮存期后，按本文件规定检验合格后仍可使用。

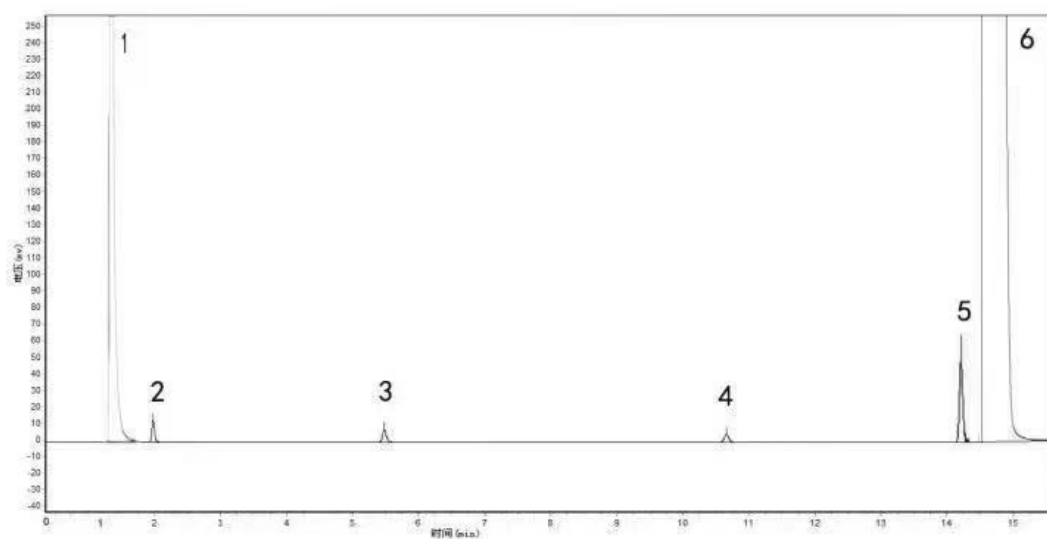
## 附 录 A

---

1) 工业用磷酸三辛酯的安全信息参见附录 C

(资料性)  
磷酸三辛酯典型色谱图和各组分保留时间

A.1 磷酸三辛酯典型气相色谱图



标引序号说明:

- 1 —— 三氯甲烷;
- 2 —— 辛醇;
- 3 —— 辛醚;
- 4 —— 磷酸二辛酯;
- 5 —— 磷酸三辛酯异构体;
- 6 —— 磷酸三辛酯。

图 A.1 磷酸三辛酯典型色谱图

A.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表A.1。

表A.1 各组分相对保留时间



峰序	组分	保留时间/min
1	三氯甲烷	溶剂
2	辛醇	1.960
3	辛醚	5.410
4	磷酸二辛酯	10.741
5	磷酸三辛酯异构体	14.285
6	磷酸三辛酯	14.778

## 附 录 B

### （规范性）

### 酸值的测定

#### A.1 方法原理

用乙醇溶解试样，以酚酞作为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，测定酸值。

#### A.2 试剂

A.2.1 乙醇：95%乙醇。

A.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.2.3 5 g/L酚酞指示剂：5 g酚酞溶于1000 mL 95%乙醇中。

#### A.3 仪器和设备

A.3.1 250 mL锥形瓶。

A.3.2 50 mL量筒。

A.3.3 分析天平：III级。

A.3.4 无塞滴定管：分度不大于0.1 mL。

#### A.4 试验步骤

A.4.1 量取乙醇50 mL倒入250 mL锥形瓶中，加入4滴酚酞指示剂，以氢氧化钠标准溶液滴定至微粉红色，备用。

A.4.2 用锥形瓶称取试样 $50 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$ ，然后加入上述乙醇备用溶液，摇匀，用氢氧化钠标准溶液滴定乙醇溶液，直至微粉红色出现并保持30 s。

注：试样滴定后的微粉红色与乙醇备用溶液的微粉红色应保持一致。

#### A.5 结果计算

工业用磷酸三辛酯的酸值 $X$ （以 $\text{mgKOH/g}$ 表示），按式(2)计算：

$$X = \frac{56.11 \times c \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

56.11——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（ $\text{g/mol}$ ）；

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（ $\text{mol/L}$ ）；

$V$  ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$m$  ——试样量，单位为克（ $\text{g}$ ）。

#### A.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后三位。两次平行测定结果绝对差值应不大于0.005 mgKOH/g。

## 附录 C

### (资料性)

### 安全

#### C.1 危险警告

工业用磷酸三辛酯是无色透明的液体，遇明火、高热可燃。暴露于火中的容器可能会通过压力安全阀泄漏出内容物。加热时，容器可能爆炸。受热或接触火焰可能会产生膨胀或爆炸性分解。

#### C.2 危险性说明

吞咽可能有害，造成皮肤刺激，造成严重眼刺激。

#### C.3 安全措施

使用时应处于通风良好处进行操作。穿戴合适的个人防护用品。避免接触皮肤和进入眼睛。如果溅到皮肤和进入眼睛，应用大量水冲洗，并就医。

#### C.4 灭火及消防措施

灭火时，应佩戴呼吸面具（符合MSHA/NIOSH要求的或相当的），并穿上全身防护服。在上风向、安全距离处、有充足防护的情况下灭火。

---