

ICS 71.080.70

CCS G 26

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC xxxx—2023

工业用三甘醇二异辛酸酯

Triethylene glycol diisooctanoate 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：巢湖皖维金泉实业有限公司、江西明德新材料有限公司、兰溪市万盛达化工有限公司、中国化工情报信息协会、中质标研（北京）标准化服务中心

本文件主要起草人：王家东、秦敏、何世平、杨锦、黄伟刚、盛况、刘宇、张长安、姚建国

工业用三甘醇二异辛酸酯

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。

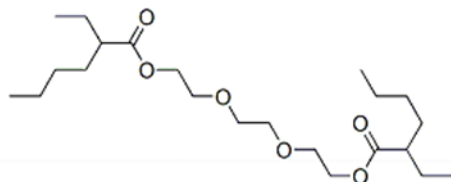
1 范围

本文件规定了工业用三甘醇二异辛酸酯产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以三甘醇和异辛酸等为原料经酯化制得的工业用三甘醇二异辛酸酯产品。

分子式： $C_{22}H_{42}O_6$

结构简式：



相对分子质量：402.57（按 2022 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂-钴色号）
- GB/T 4146.3 纺织品 化学纤维 第 3 部分：检验术语
- 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
- GB/T 14190 纤维级聚酯（PET）切片试验方法

3 术语和定义

GB/T 4146.3 和 GB/T 14190 中界定的术语和定义适用于本文件。

4 技术要求

工业用三甘醇二异辛酸酯的技术要求见表 1。

表 1 工业用三甘醇二异辛酸酯的技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	清澈透明液体	
三甘醇二异辛酸酯含量, w/%	≥ 98.5	97.5
酸值/(mgKOH/g)	≤ 0.06	0.10
热稳定性(以 180℃ 加热 2 h 的酸值计)/(mgKOH/g)	≤ 0.50	1.00
加热减量(125℃ 加热 2h), w/%	≤ 0.30	0.50
色度(铂-钴)/号	≤ 15	30

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

本文件所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

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 602、GB/T 603 之规定制备。

5.2 外观的测定

取 20 mL 样品置于 50 mL 具塞比色管中, 在日光或日光灯透视下目测。

5.3 三甘醇二异辛酸酯含量的测定

5.3.1 气相色谱法(仲裁法)

5.3.1.1 方法提要

采用气相色谱法, 在规定的工作条件下, 试样经汽化通过毛细管色谱柱, 使三甘醇二异辛酸酯及其有机杂质有效分离, 用氢火焰离子化检测器(FID)进行检测, 用峰面积归一化法定量。

5.3.1.2 试剂与材料

5.3.1.2.1 氮气: 体积分数不低于 99.999%, 经活性炭和分子筛净化。

5.3.1.2.2 氢气: 体积分数不低于 99.999%, 经活性炭和分子筛净化。

5.3.1.2.3 空气: 经活性炭和分子筛净化。

5.3.1.3 仪器和设备

5.3.1.3.1 气相色谱仪: 配有氢火焰离子化检测器, 仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。

5.3.1.3.2 记录系统: 色谱工作站。

5.3.1.3.3 微量进样器: 10 μL。

5.3.1.4 试验条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图及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及操作条件亦可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	7%氰丙基-7%苯基-86%甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.5 μ m
柱流速/(mL/min)	1
燃烧气(氢气)流速/(mL/min)	30
助燃气(空气)流速/(mL/min)	300
色谱柱温度/℃	温度 250 ℃ 保持 15 min
汽化室温度/℃	300
检测器温度/℃	300
进样体积/μL	0.2
分流比	100:1

5.3.1.5 试验步骤

开启色谱仪。按表2推荐的操作条件调节仪器，待仪器稳定后，用微量进样器取试样溶液注入色谱仪，测量各组分的峰面积，用面积归一化法定量。

5.3.1.6 结果计算

三甘醇二异辛酸酯的含量 w ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times (100 - w_3) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A ——试样中三甘醇二异辛酸酯的色谱峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的色谱峰面积之和；

w_3 ——本文件5.6测得的加热减量（质量分数），%。

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一位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

5.3.2 化学检验法

5.3.2.1 方法提要

三甘醇二异辛酸酯与过量的氢氧化钾甲醇溶液进行皂化反应，多余的氢氧化钾用盐酸标准滴定溶液进行滴定，测定其含量。

5.3.2.2 试剂和溶液

5.3.2.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.2 酚酞指示剂：1%乙醇溶液。

5.3.2.2.3 氢氧化钾-甲醇溶液： $c(\text{KOH-甲醇})=1 \text{ mol/L}$ 。称约 28 g 氢氧化钾，溶于 500 mL 甲醇，静置 24 h，倾出上层清液，贮于塑料瓶或带橡胶塞的玻璃瓶中备用。

5.3.2.3 仪器和设备

5.3.2.3.1 恒温水浴锅：控温精度。

5.3.2.3.2 碘量瓶：250 mL。

5.3.2.3.3 称量瓶：3 mL。

5.3.2.3.4 回流冷凝管：150 mm。

5.3.2.3.5 磨口三角烧瓶：250 mL。

5.3.2.3.6 分析天平：感量 0.0001 g。

5.3.2.4 测定步骤

用碘量瓶称取试样1.6 g（精确至0.0001 g）置于250 mL的磨口三角烧瓶中，加入氢氧化钾-甲醇溶液 50 mL，摇匀。装上回流冷凝管，在100 °C ± 1 °C的水浴锅中回流4 h。冷却后，以少量蒸馏水冲洗冷凝管，洗液并入原溶液中，加2~3滴酚酞指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至粉红色消失为终点。记录滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积。同时做空白试验。

5.3.2.5 结果计算

工业用三甘醇二异辛酸酯的含量 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 402.57 / 1000}{2m} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

c ——盐酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_0 ——空白试验滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——试样滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

402.57——三甘醇二异辛酸酯的摩尔质量,单位为克每摩尔（g/mol）；

$2m$ —— m 表示试样质量，单位为克（g），2 表示1摩尔三甘醇二异辛酸酯皂化反应消耗2摩尔氢氧化钾。

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一位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.4 酸值的测定

5.4.1 试剂和溶液

5.4.1.1 氢氧化钾标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.2 乙醇溶液：取 100 mL 的 95 %乙醇，加入 5 滴管酚酞指示剂，摇晃均匀后，用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至粉色，备用。

5.4.1.3 酚酞指示剂：1 %乙醇溶液。

5.4.2 仪器和设备

5.4.2.1 磨口具塞三角瓶：250 mL。

5.4.2.2 称量瓶：50 mL。

5.4.2.3 分析天平：感量 0.001 g。

5.4.2 分析步骤

称取10 g样品（精确至0.001 g），放入磨口具塞的三角瓶中，加50 mL乙醇溶液（5.4.1.2），摇匀。用氢氧化钾标准滴定溶液（5.4.1.1）滴定至微红色（与配制的乙醇溶液同色），且保持30 s不褪色，记录滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积。

5.4.3 结果计算

工业用三甘醇二异辛酸酯的酸值 w_1 ，以mgKOH/g表示，按式（3）计算：

$$w_1 = \frac{V \times c \times 56 / 1000}{m} \times 1000 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

c ——氢氧化钾标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

56——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

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一位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

5.5 热稳定性（180 °C加热 2 h 后酸值）的测定

5.5.1 试剂和溶液

5.5.1.1 氢氧化钾标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2 仪器和设备

5.5.2.1 分析天平：感量 0.001 g。

5.5.2.2 烧杯：250 mL。

5.5.3 分析步骤

用称量瓶称取10 g试样（精确至0.001 g），放到250 mL烧杯中，放入设定温度为180 °C的烘箱中烘2 h，冷却至室温，按本文件5.4进行测定。

5.5.4 结果计算

热稳定性（180 °C加热2 h后酸值） w_2 ，以mgKOH/g表示，按式（4）计算：

$$w_2 = \frac{V \times c \times 56 / 1000}{m} \times 1000 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

c ——氢氧化钾标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

56——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

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一位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

5.6 加热减量的测定

5.6.1 方法提要

在规定的温度和时间的条件下,计算工业用三甘醇二异辛酸酯加热后所损失的质量百分数即为加热减量。

5.6.2 分析步骤

称取试样20 g (精确至0.0001 g),置于50 mL烧杯中,将烧杯放入恒温干燥箱中,在150 °C ±5 °C下干燥2 h,然后取出烧杯,置于干燥器中冷却至室温后称重。

5.6.3 结果计算

工业用三甘醇二异辛酸酯的加热减量 w_3 ,以% (质量分数)表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——干燥前试样和烧杯质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样和烧杯质量,单位为克(g);

m_0 ——烧杯的质量,单位为克(g)。

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一位,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

5.7 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章全部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,同釜生产的产品为一个组批。

6.3 采样

工业用三甘醇二异辛酸酯产品按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行采样。所采总量不得少于50 mL,混匀后分别装于两个洁净干燥的具有磨口塞的玻璃瓶中,密封后贴上标签,标签上注明:产品名称、采样日期、批号、采样人姓名等,一瓶作为检验用样品,另一瓶保存三个月备查。

6.4 判定

按GB/T 8170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。检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求,则应重新采双倍量的样品进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

工业用三甘醇二异辛酸酯包装容器上应有牢固的标志¹⁾和质量检验报告，其内容包括：产品名称、生产厂名称、厂址、生产批号或审查日期、净含量、商标、本文件编号等内容。

7.2 包装

工业用三甘醇二异辛酸酯产品应用专用的槽（罐）车或塑料桶密封包装。如需特殊包装，供需双方另行协商。

7.3 运输

工业用三甘醇二异辛酸酯装卸及运输时，避免日晒雨淋。应保证包装物的完整性，保持储罐干净，无杂质。

7.4 贮存

工业用三甘醇二异辛酸酯应保持容器密封，贮存在阴凉、通风、具备泄露应急处理设备及收容材料的仓库内，远离火源，避免与氧化剂、酸类、碱类混放。

1) 工业用三甘醇二异辛酸酯安全信息的内容参见附录 B。

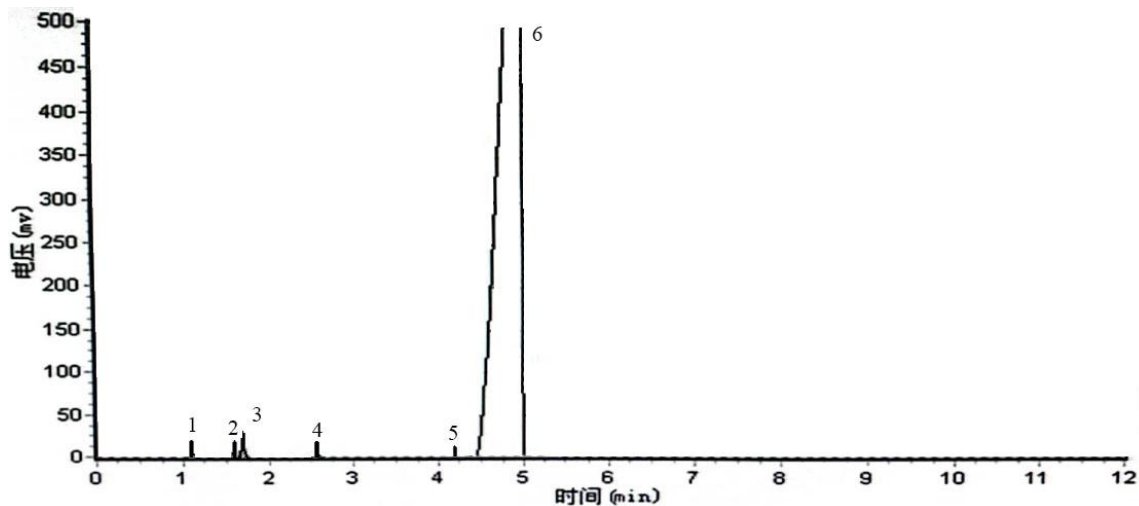
附录 A

(资料性)

三甘醇二异辛酸酯典型色谱图和各组分保留时间

A.1 工业用三甘醇二异辛酸酯典型色谱图

工业用三甘醇二异辛酸酯典型色谱图如图 A.1 所示。



标引序号说明：

- 1——异辛酸；
- 2——未知物质；
- 3——三乙二醇单异辛酸酯；
- 4——未知物质；
- 5——未知物质；
- 6——三甘醇二异辛酸酯。

图A.1 工业用三甘醇二异辛酸酯典型色谱图

A.2 各组分保留时间

三甘醇二异辛酸酯各组分保留时间见表 A.1。

表A.1 三甘醇二异辛酸酯各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	异辛酸	1.110
2	未知物质	1.595
3	三乙二醇单异辛酸酯	1.702
4	未知物质	2.570
5	未知物质	4.192
6	三甘醇二异辛酸酯	4.952

附 录 B
(资料性)
安全信息

- B.1 工业用三甘醇二异辛酸酯沸点：215 °C，闪点：207 °C。
- B.2 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.3 工业用三甘醇二异辛酸酯发生化学反应。灭火剂为干粉或二氧化碳。禁止用水、泡沫和酸碱灭火剂灭火。

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