

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5718—2020

工业用混合二元酸二甲酯

Mixed dibasic esters for industrial use

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：山东元利科技股份有限公司、重庆元利科技有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

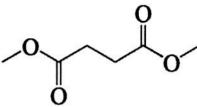
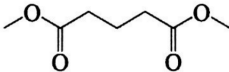
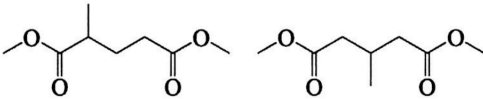
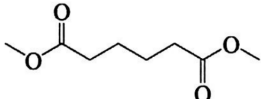
本标准主要起草人：刘修华、秦国栋、张建梅、李义田、王坤、孙文刚、高伟、刘金玲、唐跃兵。

工业用混合二元酸二甲酯

1 范围

本标准规定了工业用混合二元酸二甲酯的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于混合二元酸与甲醇经酯化法制得的工业用混合二元酸二甲酯。

	分子式	结 构 式	相对分子质量 (按 2018 年国际相对原子质量)
丁二酸二甲酯	$C_6H_{10}O_4$		146.14
戊二酸二甲酯	$C_7H_{12}O_4$		160.17
甲基戊二酸二甲酯	$C_8H_{14}O_4$		174.20
己二酸二甲酯	$C_8H_{14}O_4$		174.20

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1668 增塑剂酸值及酸度的测定

GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分：液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9283 涂料用溶剂馏程的测定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：透明液体，无可见杂质。

3.2 工业用混合二元酸二甲酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
酯含量, $w/\%$	≥ 99.0	≥ 98.0
色度/Hazen 单位 (铂-钴色号)	≤ 15	≤ 25
水分, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.30
酸值/(mgKOH/g)	≤ 0.20	≤ 0.30
馏程/ $^{\circ}\text{C}$	195.0~230.0	
甲醇含量, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.30

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验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。

4.2 外观的测定

取适量试样于具塞比色管中, 在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 酯含量和甲醇含量的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法。取适量样品注入气相色谱仪, 通过程序升温使各组分有效分离并依次从色谱柱中流出。用氢火焰离子化检测器检测, 采用面积归一化法定量出混合二元酸二甲酯含量 (丁二酸二甲酯含量、戊二酸二甲酯含量、甲基戊二酸二甲酯含量、己二酸二甲酯含量之和) 和甲醇含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氮气: 体积分数不小于 99.9%。

4.3.2.2 氢气: 体积分数不小于 99.9%。

4.3.2.3 压缩空气: 经净化处理。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 气相色谱仪: 配有氢火焰离子化检测器, 整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定, 线性范围满足分析要求。

4.3.3.2 记录仪: 色谱工作站。

4.3.3.3 进样器: 10 μL 微量注射器。

4.3.4 色谱操作条件

本标准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相对保留值分别见附录 A 的图

A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷
规格	石英毛细管柱 30 m×0.32 mm×0.25 μm
柱温	初温：70℃，保持 1 min；升温速率：10℃/min；终温：250℃，保持 1 min
汽化室温度/℃	290
检测器温度/℃	290
载气（N ₂ ）流量/(mL/min)	3.0
氢气（H ₂ ）流量/(mL/min)	35
空气流量/(mL/min)	350
尾吹辅助气（N ₂ ）流量/(mL/min)	30
分流比	20 : 1
进样量/μL	0.4

4.3.5 测定步骤

按表 2 的条件调节仪器，待仪器稳定后，取 0.4 μL 样品进样分析。采用面积归一化法定量。

4.3.6 试验数据处理

4.3.6.1 混合二元酸二甲酯的质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\sum A_j}{\sum A_i} \times (100\% - w_3) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——试样中混合二元酸二甲酯的质量分数；

$\sum A_j$ ——试样中丁二酸二甲酯、戊二酸二甲酯、甲基戊二酸二甲酯、己二酸二甲酯的峰面积之和；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积之和；

w_3 ——4.5 中测得的水的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

4.3.6.2 甲醇的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times (100\% - w_3) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_2 ——试样中甲醇的质量分数；

A_1 ——试样中甲醇的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积之和；

w_3 ——4.5 中测得的水的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 色度的测定

取适量样品于 50 mL 比色管中，其余按 GB/T 3143 的规定进行测定。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.6 酸值的测定

按 GB/T 1668 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 mgKOH/g。

4.7 馏程的测定

按 GB/T 9283 的规定进行测定。

5 检验规则

5.1 本标准所列项目均为出厂检验项目。

5.2 桶装产品，以同一次灌装的产品为一批。槽车装产品，以每一槽车装的产品为一批。

5.3 采样按 GB/T 6680 的规定进行。采样总量应保证检验的要求。采样时，样品分装于两个干燥、清洁的玻璃瓶中，密封后贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、取样时间和取样人姓名。一瓶作质量检验用；另一瓶密封保存，以备复查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品应降等或按不合格品处理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 产品标志

每个包装容器上应有清晰、牢固的标志，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 净含量；
- e) 等级；
- f) 生产日期或批号；
- g) 本标准编号。

6.1.2 产品质量证明书

生产厂应保证出厂产品各项指标符合标准的要求。

每批产品出厂应附有一定格式的质量证明书，其内容至少包括：

- a) 生产厂名称；

- b) 产品名称；
- c) 生产日期和批号；
- d) 等级；
- e) 产品检验结果或检验结论；
- f) 本标准编号。

6.2 包装

本产品用干燥、清洁的铁桶或槽车包装。桶装产品每桶净含量 220 kg。也可根据用户需求采用其他包装形式，具体要求与用户协商。

6.3 运输

本产品 in 装卸及运输过程中，应防止猛烈撞击，并防止日晒、雨淋。

6.4 贮存

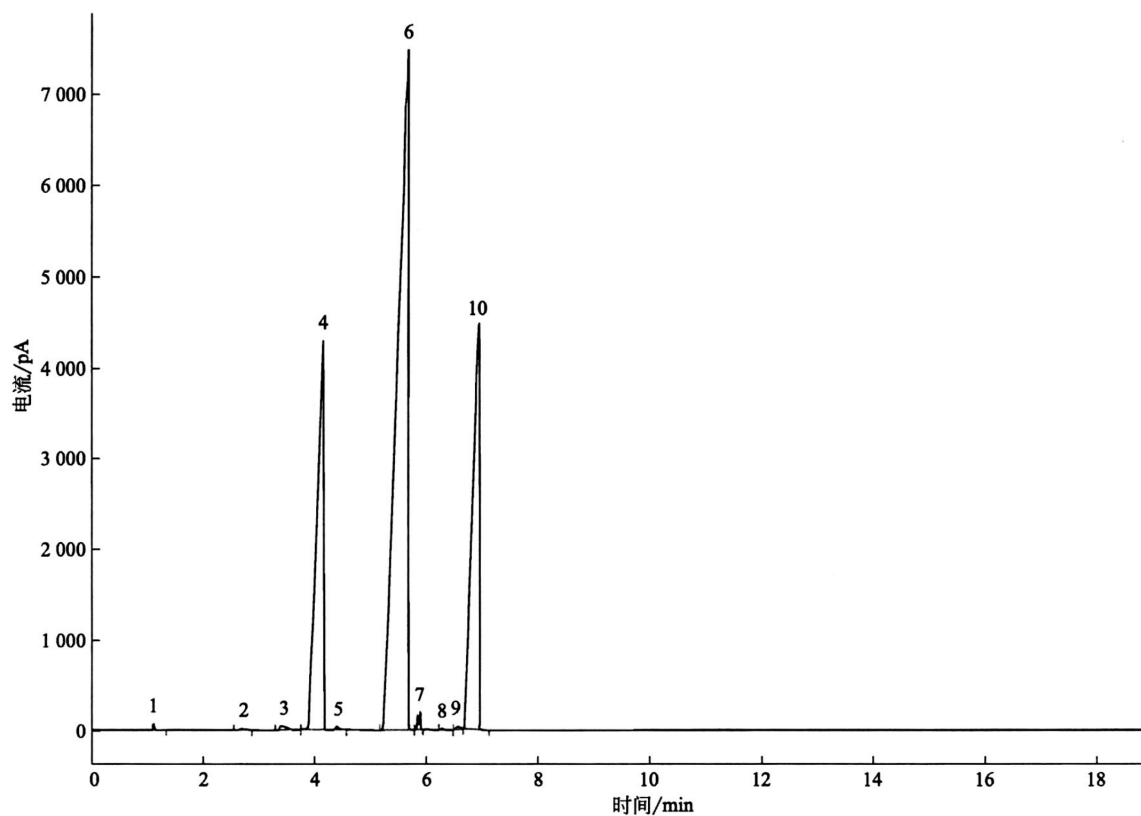
本产品应贮存于干燥、通风的仓库或货棚内，附近不得有明火。

附 录 A (规范性附录)

混合二元酸二甲酯含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 混合二元酸二甲酯含量测定的典型色谱图

混合二元酸二甲酯及杂质含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——甲醇；
- 2——未知物 1；
- 3——未知物 2；
- 4——丁二酸二甲酯；
- 5——未知物 3；
- 6——戊二酸二甲酯；
- 7——甲基戊二酸二甲酯；
- 8——未知物 4；
- 9——未知物 5；
- 10——己二酸二甲酯。

图 A.1 混合二元酸二甲酯及杂质含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分	保留时间/min	相对保留值
1	甲醇	1.114	0.196
2	未知物 1	2.671	0.471
3	未知物 2	3.404	0.600
4	丁二酸二甲酯	4.153	0.732
5	未知物 3	4.289	0.756
6	戊二酸二甲酯	5.675	1.000
7	甲基戊二酸二甲酯	5.868	1.034
8	未知物 4	6.273	1.105
9	未知物 5	6.547	1.154
10	己二酸二甲酯	6.934	1.222