

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号: 65190—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3874—2018
代替 HG/T 3874—2006

工业偏苯三酸三(2-乙基己基)酯 (TOTM)

Tri(2-ethylhexyl) trimellitate (TOTM) for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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。

本标准代替 HG/T 3874—2006《偏苯三酸三辛酯》。与 HG/T 3874—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称（见封面）；
- 增加了 CAS RN（见 1）；
- 删除了合格品的质量等级（见 2006 年版的表 1）；
- 提高了优等品的色度技术指标（见表 1，2006 年版的表 1）；
- 提高了优等品的体积电阻率技术指标（见表 1，2006 年版的表 1）；
- 增加了邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯含量的检测项目（见表 1）及试验方法（见 4.9）；
- 增加了色度的测定方法比色计法（见 4.4.2）；
- 修改了水分测定的方法（见 4.8，2006 年版的 4.6）；
- 延长了贮存期（见 6.4，2006 年版的 6.4）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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（SAC/TC35/SC12）归口。

本标准负责起草单位：南通百川新材料有限公司。

本标准参加起草单位：河南庆安化工科技股份有限公司、山东蓝帆化工有限公司、江苏正丹化学工业股份有限公司、安徽香枫新材料股份有限公司、浙江嘉澳环保科技股份有限公司。

本标准主要起草人：薛建军、吕坚、宋广勋、邢光全、范秀莉。

本标准于 2006 年首次发布，本次为第一次修订。

工业偏苯三酸三（2-乙基己基）酯（TOTM）

1 范围

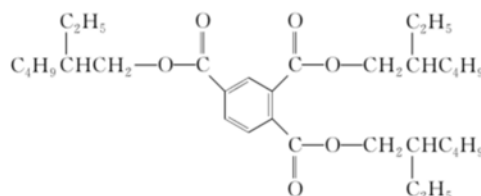
本标准规定了工业偏苯三酸三（2-乙基己基）酯（简称 TOTM）的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以偏苯三酸酐和 2-乙基己醇为主要原料经酯化反应制得的 TOTM。

化学名称：偏苯三酸三（2-乙基己基）酯

分子式： $C_{33}H_{54}O_6$

结构式：



相对分子质量：546.76（按 2016 年国际相对原子质量）

CAS RN：3319-31-1

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 1664 增塑剂外观色度的测定
- GB/T 1665 增塑剂皂化值及酯含量的测定
- GB/T 1668 增塑剂酸值及酸度的测定
- GB/T 1671 增塑剂闪点的测定 克利夫兰开口杯法
- GB/T 1672 液体增塑剂体积电阻率的测定
- GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定
- 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 16631 高效液相色谱法通则

3 技术要求

TOTM 的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 TOTM 的技术要求和相应的试验方法

项 目	指 标		试验方法
	优等品	一等品	
(1) 外观	透明、无可见杂质的油状液体		4.3
(2) 色度 (铂-钴)/号 \leq	40	80	4.4
(3) 酸值 (以 KOH 计)/(mg/g) \leq	0.15	0.20	4.5
(4) 酯含量/% \geq	99.5	99.0	4.6
(5) 体积电阻率/($10^9 \Omega \cdot m$) \geq	10	3	4.7
(6) 水分/% \leq	0.10	0.15	4.8
(7) 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯含量/(mg/kg) \leq	300	1 000	4.9
(8) 密度 (20℃)/(g/cm ³)	0.984~0.991		4.10
(9) 闪点 (开口杯法)/℃ \geq	240		4.11

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 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

试验数据的表示和修约按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.3 外观的测定

于具塞比色管中加入试样，在自然光线下目测。

4.4 色度的测定

4.4.1 目视比色法 (仲裁法)

按 GB/T 1664 的规定进行测定。

4.4.2 比色计法

按照比色计操作说明书的要求事先调节好比色计。取适量试样，小心地倒入比色皿中，把比色皿插在比色槽中，盖上盖板，读取试样的铂-钴色号。

4.5 酸值的测定

按 GB/T 1668 的规定进行测定。称样量 20 g，精确至 0.01 g。用 0.02 mol/L 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定。

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.004 mg/g，以大于 0.004 mg/g 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

4.6 酯含量的测定

按 GB/T 1665 的规定进行测定。使用 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液。称样量为 0.8 g~1.2 g, 精确至 0.000 1 g。回流时间为 1.5 h。

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.23 %, 以大于 0.23 % 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

4.7 体积电阻率的测定

按 GB/T 1672 的规定进行测定。

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 $2 \times 10^9 \Omega \cdot m$, 以大于 $2 \times 10^9 \Omega \cdot m$ 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

4.8 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行测定。

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.003 %, 以大于 0.003 % 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

4.9 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯含量的测定

4.9.1 原理

用高效液相色谱法, 在选定的工作条件下通过色谱柱使试样中的各组分分离, 用紫外/可见检测器检测, 用外标法定量, 通过工作曲线查得或从相应的线性方程计算出试样中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的质量, 再通过计算求得试样中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的质量分数。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 甲醇 [67-56-1]: 色谱纯, 必要时使用前脱气。

4.9.2.2 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯标样: 市售。

4.9.2.3 水: GB/T 6682—2008 中规定的一级水, 经 0.45 μm 滤膜过滤, 必要时使用前脱气。

4.9.3 仪器设备

4.9.3.1 高效液相色谱仪: 符合 GB/T 16631 的规定。

4.9.3.2 色谱柱: 固定相为 C_{18} , 长为 250 mm, 内径为 4.6 mm, 粒径为 5 μm , 或具有相等柱效的其他色谱柱。

4.9.3.3 检测器: 多波长紫外分光检测器或具有相等性能的其他分光检测器。

4.9.3.4 进样器: 自动或手动进样器。

4.9.3.5 色谱工作站。

4.9.3.6 超声波振荡器。

4.9.4 试验条件

色谱试验条件如表 2 所示。

表 2 色谱试验条件

控制参数		试验条件	
仪器状态	进样体积/ μL	5	
	检测器波长/nm	233	
	流速/(mL/min)	1.0	
	柱温/ $^{\circ}\text{C}$	35	
	流动相 (V/V)	甲醇：水=98：2	
	流动相流量（梯度）	0 min	1.0 mL/min
		10 min	1.0 mL/min
		11 min	2.0 mL/min
30 min		2.0 mL/min	
35 min		1.0 mL/min	
检测时间/min	35		
定量方法	外标法		
注：上述试验条件中的参数是典型的，可根据仪器不同选择最佳试验条件。			

4.9.5 工作曲线的形成过程

4.9.5.1 标样浓度为 0.10 g/L 的邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯浓溶液

称取 0.10 g 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯标样，精确至 0.000 1 g。用甲醇溶解后，转移到 1 000 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至 1 L，得到标样浓度为 0.10 g/L 的邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯浓溶液。

4.9.5.2 工作溶液的配制

在 5 个 100 mL 的容量瓶中分别移入 5 mL、10 mL、20 mL、40 mL、60 mL 标样浓度为 0.10 g/L 的邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯浓溶液，用甲醇稀释至 100 mL。这样 5 个工作溶液中的邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的标样质量分别为 0.5 mg、1.0 mg、2.0 mg、4.0 mg、6.0 mg。

4.9.5.3 工作曲线的绘制

按选定的色谱条件进样 5 μL ，读取上述 5 个工作溶液中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的色谱峰面积。根据各个工作溶液中所含邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的标样质量和对应的色谱峰面积绘制工作曲线，或根据最小二乘法拟合得到工作曲线的线性方程。

4.9.6 试验步骤

称取 5.0 g 试样，精确至 0.000 1 g。加入 30 mL 甲醇，摇匀，使试样完全溶解。用甲醇定容至 100 mL。

按选定的色谱条件进样 5 μL ，根据测得的试样中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的色谱峰面积，查工作曲线得出或从相应的线性方程计算出试样中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的质量 m_1 。

4.9.7 结果计算

试样中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯含量的质量分数以 w 计，数值以 mg/kg 表示，按公式 (1)

计算：

$$w = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——查工作曲线得出或从相应的线性方程计算出的试样中邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——TOTM 试样的质量的数值，单位为千克（kg）。

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 3 mg/kg，以大于 3 mg/kg 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

4.10 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.2 “方法 2：韦氏天平法”的规定进行测定。

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.003 g/cm³，以大于 0.003 g/cm³ 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

4.11 闪点的测定

按 GB/T 1671 的规定进行测定。

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 8 ℃，以大于 8 ℃ 的情况不超过 5 % 为前提。取两次独立测试结果的算术平均值作为测定结果。

5 检验规则

5.1 检验分类

5.1.1 出厂检验

出厂检验项目为表 1 中的（1）～（7）项。

5.1.2 型式检验

型式检验项目为表 1 中的全部项目。

在正常生产的情况下，每季度应至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

5.2 组批规则

以一个储罐产品或每次包装的均匀产品为一批。

5.3 采样

采样按 GB/T 6680 的规定进行。所采样品总量应不少于 1 000 mL。将样品充分混合后，分装于两个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中，密封，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样人等。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

5.4 合格判定

本产品出厂检验结果全部符合表 1 的要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若有一项指标不符合表 1 的要求，应重新从同批次产品两倍量的包装件中采样进行全项目复检，复检结果即使只有一项指标不符合表 1 的要求，则判定该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的外包装上应有清晰、牢固的标志，其内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期、批号、净含量、质量等级等。

6.2 包装

本产品应装入清洁、干燥、内无机械杂质的 200 L（或其他容积）的钢桶中，应密封、防止泄损。也可根据用户要求采用其他包装形式。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、质量等级、标准编号、生产厂名称、批号、生产日期以及 5.1 规定的检验项目的检验数据等。

6.3 运输

本产品的运输过程中应防雨、防晒，搬运时轻装、轻卸，防止包装损坏。

6.4 贮存

本产品应贮存在通风、干燥、阴凉的货棚或仓库内。

本产品在符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为 12 个月。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 偏 苯 三 酸 三 (2-乙 基 己 基) 酯 (TOTM)
HG/T 3874—2018
出 版 发 行：化 学 工 业 出 版 社
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
北 京 科 印 技 术 咨 询 服 务 公 司 海 淀 数 码 印 刷 分 部
880mm×1230mm 1/16 印 张 3/4 字 数 17 千 字
2019 年 3 月 北 京 第 1 版 第 1 次 印 刷
书 号：155025·2570

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：14.00 元

版权所有 违者必究