

ICS 71.100.40
G 71
备案号: 45276—2014

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4616—2014

增 塑 剂 乙酰柠檬酸三丁酯

Plasticizer—Acetyl tributyl citrate

2014-05-12 发布

2014-10-01 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。

本标准主要起草单位：河南庆安化工科技股份有限公司。

本标准参加起草单位：浙江建业化工股份有限公司、江苏天音化工有限公司、淮南瑞盈环保材料有限公司。

本标准主要起草人：程顺国、姚宁、宋广勋、杨振、郜丽红。

增 塑 剂

乙酰柠檬酸三丁酯

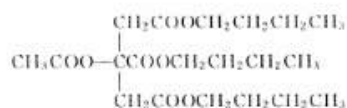
1 范围

本标准规定了增塑剂 乙酰柠檬酸三丁酯(简称 ATBC)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以柠檬酸和正丁醇经酯化,用乙酸酐乙酰化制得的 ATBC。

分子式: $C_{26}H_{34}O_8$

结构式:



相对分子质量:402.43(按 2012 年国际相对原子质量)

CAS RN:77-90-7

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 191 2008 包装储运图示标志
- GB/T 601 2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 2003 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 1664 1995 增塑剂外观色度的测定
- GB/T 1668 2008 增塑剂酸值及酸度的测定
- GB/T 1671 2008 增塑剂闪点的测定 克利夫兰德开口杯法
- GB/T 4472 2011 化工产品密度、相对密度测定
- GB/T 6283 2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法
- GB/T 6678 2003 化工产品采样总则
- GB/T 6680 2003 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
- GB/T 8170 2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

增塑剂 乙酰柠檬酸三丁酯的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 增塑剂 乙酰柠檬酸三丁酯的技术要求和试验方法

序号	项 目	指 标			试验方法
		优等品	一等品	合格品	
1	外观	无色或淡黄色均匀透明液体			4.2
2	色度(铂-钴)/号	≤ 30	50	50	4.3
3	纯度/%	≥ 99.0	98.0	97.0	4.4
4	密度(20℃)/(g/cm ³)	1.0450~1.0550			4.5
5	酸值/(mg KOH/g)	≤ 0.050	0.10		4.6
6	水分/%	0.20			4.7
7	闪点 ^a (开口杯法)/℃	≥ 195			4.8
^a 为根据用户要求检测项目。					

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,在分析中所用标准溶液、试剂和制品,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2003 的规定制备。

分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—1992 规定的三级水。

本标准中检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 外观的测定

在自然光下目测。

4.3 色度的测定

按 GB/T 1664—1995 的规定进行测定。

4.4 纯度的测定

4.4.1 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,检测结果由色谱工作站处理,以面积归一法计算结果。

4.4.2 仪器和设备

4.4.2.1 气相色谱仪,检测器的仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定。

4.4.2.2 色谱柱:毛细管柱,固定相为 100 %甲基硅氧烷,30 m×0.53 mm×1.0 μm。

4.4.2.3 进样器:10 μL 微量注射器。

4.4.2.4 积分仪或色谱工作站。

4.4.3 操作步骤

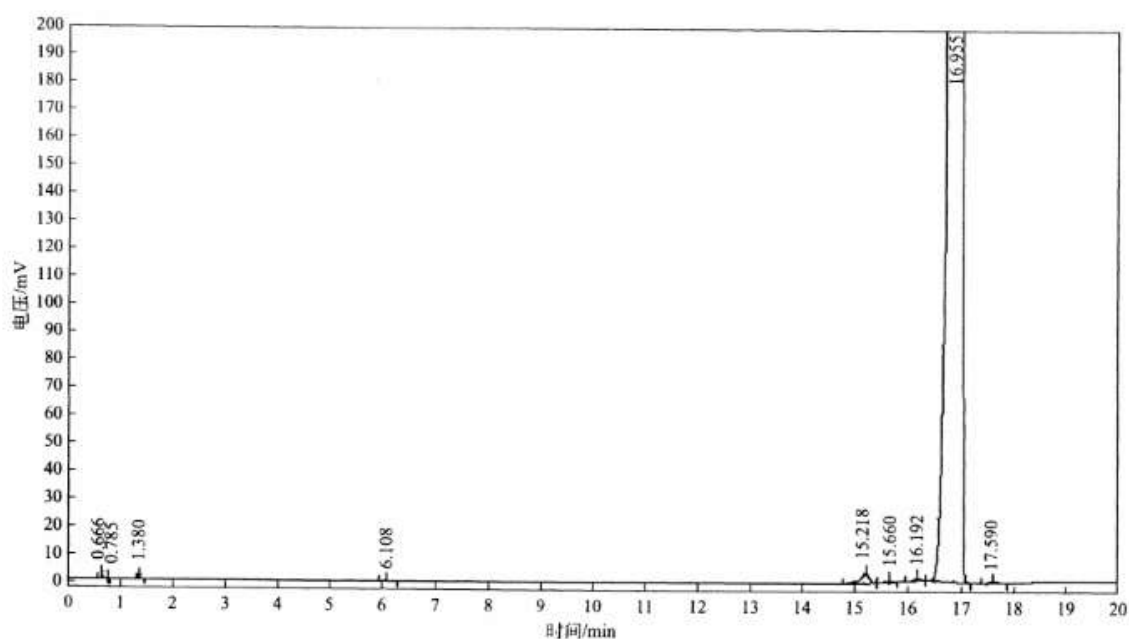
4.4.3.1 色谱分析条件:见表 2。

表 2 色谱分析条件

控制参数		操作条件
程序升温	初温/℃	150
	持续时间/min	2
	升温速度/(℃/min)	10
	终温/℃	240
	持续时间/min	10
汽化室温度/℃		260
检测室温度/℃		260
氮气流速/(mL/min)		10
氢气流速/(mL/min)		30
空气流速/(mL/min)		300
注:上述操作条件中参数是典型的,可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当的调整,以求得最佳效果。		

4.4.3.2 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 $0.2\ \mu\text{L}$,同时启动积分仪或色谱工作站,由仪器自动给出各组分面积百分比。

4.4.3.3 色谱图及保留时间:上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。色谱图见图 1。



注:15.660 min——柠檬酸三丁酯;

16.955 min——乙酰柠檬酸三丁酯。

图 1 增塑剂 乙酰柠檬酸三丁酯典型色谱图

4.4.3.4 结果计算

ATBC 的纯度以质量分数 w 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

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

式中:

A 乙酰柠檬酸三丁酯峰面积的数值;

$\sum A_i$ 各组分峰面积数值之和的数值。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后 2 位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.15 %。

4.5 密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.2 韦氏天平法的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后 4 位。两次平行测定结果之差不得大于 0.0005。

4.6 酸值的测定

按 GB/T 1668—2008 的规定进行测定,用 0.02 mol/L 氢氧化钠溶液标定,指示剂为溴甲酚紫。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后 3 位。两次平行测定结果之差不得大于 0.003。

4.7 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 中第 8 章的规定进行测定。

允许差:取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后 2 位。两次平行测定结果之差不得大于 0.03。

4.8 闪点的测定

按 GB/T 1671—2008 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测定结果,计算结果表示到整数。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中 1~6 项目为出厂检验项目,7 为用户要求检测项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量监督检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并附有一定格式的质量证明书,其内容包括产品名称、标准号、生产厂名、批号等。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

按 GB/T 6678—2003 的要求确定采样单元数,按 GB/T 6680—2003 的规定采样。用清洁干燥的取样管深入包装容器上、中、下均匀取样,取样量不得少于 1 000 mL,混合均匀后,装入清洁干燥的磨口瓶中,瓶口加封并注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期及采样人姓名,一瓶进行检验,另一瓶保留备查。

5.5 复检

检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果仍有一项指标不符合本标准的要求,则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的每个包装件上应有清晰、牢固的标志,其内容包括产品名称、标准编号、生产厂名称、地址、

联系电话、注册商标、净含量、生产日期、批号,以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”、“怕晒”标识的标志等。每批产品都应附有产品出厂质量证明书,其内容包括产品名称、标准编号、等级、批号、生产日期、生产厂名称、地址、检验员代号等。

6.2 包装

本产品应用清洁、干燥、牢固、内无机械杂质的 200 L 容量的镀锌铁桶或铁桶包装。桶盖应用聚乙烯或无色橡胶的垫圈密封。也可根据用户需求采用其他包装。

6.3 运输

本产品运输时要避免日晒、雨淋。在搬运时轻装轻卸,防止猛烈撞击。

6.4 贮存

本产品应贮存在通风、干燥的库房内,贮存期从生产之日起为 6 个月。本产品超过贮存期后,按本标准规定检验合格后仍可使用。

中华人民共和国
化工行业标准
增塑剂 乙酰柠檬酸三丁酯
HG/T 4616—2014

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1/2 字数12.8千字
2014年9月北京第1版第1次印刷
书号：155025·1718

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：10.00元

版权所有 违者必究