ICS 71.100.41
G 71

中华人民共和国国家标准

GB/T 11405—2006
代替 GB/T 11405—1989

工业邻苯二甲酸二丁酯

Dibutylphthalate for industrial use

2006-08-24 发布　　2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

食品伙伴网http://www.foodmate.net

前　言

本标准是对 GB/T 11405—1989《工业邻苯二甲酸二丁酯》的修订。

本标准与 GB/T 11405—1989 的主要技术差异为：

——去掉了“热处理后色度”、“加热减量”两项技术指标。

——增加了“水分”技术指标。

——“酯含量”改为“纯度”。

——“酸度”改为“酸值”。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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归口。

本标准负责起草单位：河南庆安化工高科技股份有限公司。

本标准参加起草单位：山东宏信化工股份有限公司。

本标准主要起草人：司俊杰、刘冰、程顺国、姚宁、张祖礼。

本标准于 1989 年首次发布。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

工业邻苯二甲酸二丁酯

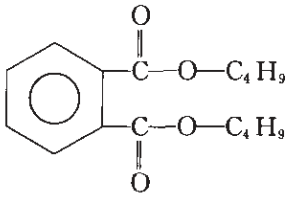
1 范围

本标准规定了工业邻苯二甲酸二丁酯(简称 DBP)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以邻苯二甲酸酐与正丁醇经酯化法制得的 DBP。

分子式:$C_{16}H_{22}O_4$

结构式:



相对分子质量:278.34(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1664 增塑剂外观色度的测定

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 克利夫兰德开口杯法

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

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 6682—1992,eqv ISO 3696:1987)

GB/T 11133 液体石油产品水含量测定法(卡尔·费休法)

3 要求

工业邻苯二甲酸二丁酯应符合表 1 所示的技术要求。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

表 1 工业邻苯二甲酸二丁酯的技术要求

项目		指标		
		优等品	一等品	合格品
外观		透明、无可见杂质的油状液体		
色度(Pt-Co)号	≤	20	25	60
纯度/%	≥	99.5	99.0	98.0
密度(20℃)/(g/cm³)		1.044～1.048		
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤	0.07	0.12	0.20
闪点/℃	≥	160		
水分/%	≤	0.10	0.15	0.20

4 试验方法

除非另有说明，分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 603 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 中规定的三级水。

本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 1250 中修约值比较法的有关规定。

4.1 外观的测定

在自然光下目测。

4.2 色度的测定

按 GB/T 1664 规定进行测定。

4.3 纯度的测定

4.3.1 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，检测结果由积分仪或色谱工作站处理。

4.3.2 材料

4.3.2.1 氮气：纯度不小于 99.99%；

4.3.2.2 氢气：纯度不小于 99.99%；

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：氢火焰离子化检测器；

4.3.3.2 色谱柱

a) 石英毛细管柱：SE-30，0.53 mm×15 m×1.0 μm；

b) 石英毛细管柱老化：将毛细管柱装在色谱仪柱箱中，检查密闭性后，自柱温 100℃开始通氮气分段老化，升温到 240℃时，老化 7 h 以上，直至基线稳定。

4.3.3.3 进样器：10 μL 微量注射器；

4.3.3.4 积分仪或色谱工作站。

4.3.4 操作步骤

4.3.4.1 按下列条件调整仪器，允许根据不同仪器作适当变动，应得到合适的分离度。

a) 柱温：采用程序升温，初温 135℃，持续时间 2 min，然后以 10℃/min 的速度升至 220℃，持续 10 min；

b) 汽化室温度：260℃；

c) 检测室温度：260℃；

食品伙伴网http://www.foodmate.net

d) 氮气流速:30 mL/min;

e) 氢气流速:30 mL/min;

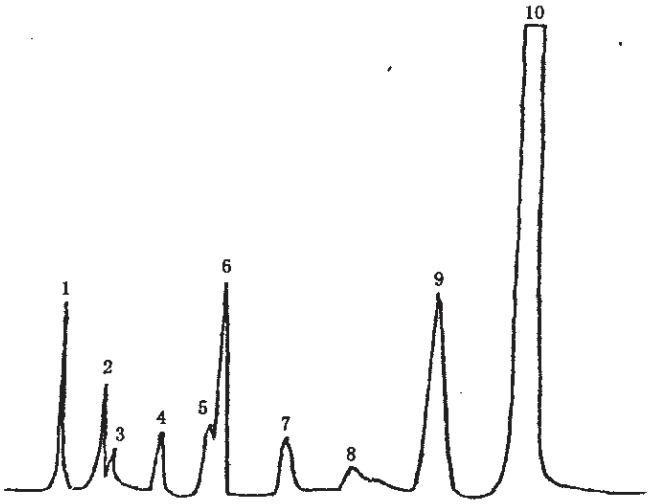
f) 空气流速:300 mL/min。

4.3.4.2 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 μL,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。如果仪器的线性范围能够满足归一化法定量分析的要求,且样品纯度约在 98%以上,则可以直接测定邻苯二甲酸二丁酯的纯度。否则不能测定其绝对纯度。

4.3.4.3 色谱图及相对保留时间

色谱图见图 1。

相对保留时间见表 2。



1——正丁醇;

2——正丁醚;

3——未知峰;

4——未知峰;

5——未知峰;

6——苯甲酸丁酯;

7——马来酸二丁酯;

8——未知峰;

9——邻苯二甲酸二异丁酯;

10——邻苯二甲酸二丁酯。

图 1 工业邻苯二甲酸二丁酯色谱图

表 2 各组分在色谱柱(SE-30)上的相对保留时间

峰序	组分	相对保留时间/min
1	正丁醇	0.390
2	正丁醚	0.715
3	未知峰	0.802
4	未知峰	1.041
5	未知峰	1.230

食品伙伴网http://www.foodmate.net

表 2（续）

峰序	组分	相对保留时间/min
6	苯甲酸丁酯	1.827
7	马来酸二丁酯	2.306
8	未知峰	2.943
9	邻苯二甲酸二异丁酯	3.657
10	邻苯二甲酸二丁酯	4.398

4.3.5 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两位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.15%。

4.4 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.2 韦氏天平法之规定进行测定。

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四位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.000 5。

4.5 酸值的测定

按 GB/T 1668 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三位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.003。

4.6 闪点的测定

按 GB/T 1671 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。两次平行测定结果之差值不得大于 3℃。

4.7 水分的测定

按 GB/T 11133 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三位。两次平行测定结果之差值不得大于 0.003%。

5 检验规则

5.1 组批规则

本产品以一个储罐产品或每次包装的均匀产品为一批。

5.2 采样

按 GB/T 6678 中要求确定采样单元数，按 GB/T 6680 规定采样。采样量不少于 1 000 mL，分装于两个清洁干燥的磨口瓶中，贴上标签并注明产品名称、采样日期、批号、采样人，一瓶样品用于检验，另一瓶样品保留三个月，以备复查。

5.3 检验分类

表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.4 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂，并应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、标准号、等级、生产厂名称、注册商标、批号、检验员代号。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

5.5 复验

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时，应从同批产品中重新自两倍量的包装件中采样进行复验，复验结果中即使只有一项指标不符合本标准要求，也判该批产品为不合格产品。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

每个包装容器上应有清晰牢固的标志，内容包括：生产厂名称、地址、产品名称、标准号、等级、净含量、生产日期、批号。

6.2 包装

本产品应装入牢固、干燥、清洁、内无机械杂质的 200 L 容量的镀锌铁桶或钢桶中。桶盖的螺丝口应用清洁聚乙烯或无色橡胶圈进行密封，以防止漏损。产品散装容器也必须满足上述要求。

6.3 运输

本产品运输过程中应防止猛烈撞击。

6.4 贮存

本产品应存放在通风、干燥的仓库或货棚中。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 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。

食品伙伴网http://www.foodmate.net