

ICS 71.080.70  
G 17



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33106—2016

---

## 工业用磷酸三乙酯

Triethyl phosphate for industrial use

2016-10-13 发布

2017-05-01 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

## 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/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:江苏雅克科技股份有限公司。

本标准参加起草单位:富彤化学有限公司。

本标准主要起草人:周荣孙、周玲、殷兆静、母艳梅、尹祥礼、俞永明。

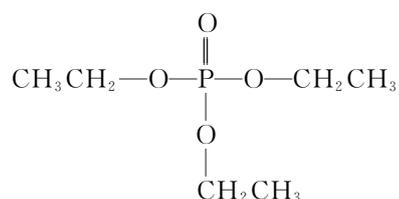
# 工业用磷酸三乙酯

## 1 范围

本标准规定了工业用磷酸三乙酯的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存及安全。  
本标准适用于以三氯氧磷与无水乙醇为原料制得的工业用磷酸三乙酯。

分子式： $C_6H_{15}PO_4$

结构式：



相对分子质量：182.16(按 2011 年国际相对原子质量)

## 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 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 614 化学试剂 折光率测定通用方法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定方法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- 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

## 3 要求

- 3.1 外观：无色透明液体，无可见机械杂质。
- 3.2 磷酸三乙酯指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
磷酸三乙酯 <sup>a</sup> , $\omega/\%$	$\geq 99.85$	$\geq 99.50$
酸值/(mg/g)	$\leq 0.05$	$\leq 0.05$
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	$\leq 10$	$\leq 20$
水分, $\omega/\%$	$\leq 0.05$	$\leq 0.20$
相对密度( $d_4^{20}$ )	1.069~1.073	
折光率(20℃)	1.405 0~1.407 0	
<sup>a</sup> 气相色谱法测得的含量。		

#### 4 试验方法

警告: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。

##### 4.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

##### 4.2 外观的测定

取适量实验室样品于无色透明比色管中,在自然光或日光灯下目视观察。

##### 4.3 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

##### 4.4 磷酸三乙酯含量的测定

###### 4.4.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样气化后,通过毛细管色谱柱,使各组分得到分离,用氢火焰检测器检测,采用面积归一化法定量。

###### 4.4.2 试剂

4.4.2.1 氢气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.4.2.2 氮气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.4.2.3 空气:经硅胶和分子筛干燥、净化。

###### 4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及氢火焰检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。

4.4.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.4.3.3 微量注射器:1  $\mu\text{L}$  或 10  $\mu\text{L}$ 。

#### 4.4.4 色谱柱及典型操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。典型色谱图和各组分的相对保留值见图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离效果的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项目	操作条件
色谱柱	5% 苯基-甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×膜厚	30 m×0.32 mm×0.25 $\mu\text{m}$
柱温	初始温度 50 $^{\circ}\text{C}$ , 保持 3 min, 升温速率为 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 终温 230 $^{\circ}\text{C}$ , 保持 15 min
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	250
载气	氮气
载气柱流量/(mL/min)	2
氢气流量/(mL/min)	40
空气流量/(mL/min)	400
分流比	50 : 1
进样量/ $\mu\text{L}$	0.2

#### 4.4.5 分析步骤

色谱仪开启后,按表 2 色谱操作条件或其他合适的条件进行调节,待仪器稳定后,进行样品的测定,用色谱数据处理机或工作站记录各组分的峰面积计算结果。

#### 4.4.6 结果计算

磷酸三乙酯的质量分数  $w$ ,按式(1)计算:

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

式中:

$A$  ——磷酸三乙酯的峰面积;

$\sum A_i$  ——各组分峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05%。

### 4.5 酸值的测定

#### 4.5.1 仪器

微量滴定管:10 mL,分度值 0.05 mL。

#### 4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 酚酞指示液:10 g/L。

4.5.2.2 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

### 4.5.3 分析步骤

取试样 20 g~30 g,准确至 0.001 g,置于锥型瓶中,加 1 mL 酚酞指示剂,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(4.5.2.2)滴定至淡红色,保持 15 s 不褪色即为终点。

### 4.5.4 结果计算

酸值  $\omega$ ,以每克样品消耗氢氧化钾的毫克数表示,单位为毫克每克(mg/g),按式(2)计算:

$$\omega = \frac{c \times V \times M}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c$  ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(4.5.2.2)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$  ——消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(4.5.2.2)的体积,单位为毫升(mL);

$M$  ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(\text{KOH})=56.1$ ];

$m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 0.01 mg/g。

### 4.6 水分的测定

按 GB/T 6283 之规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 10%。

### 4.7 折光率

按 GB/T 614 之规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 0.002。

### 4.8 相对密度测定

按 GB/T 4472 之规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果之差不超过平均值的 0.004。

## 5 检验规则

5.1 第 3 章中的全部项目分为出厂检验和型式检验项目,其中外观、磷酸三乙酯、色度、水分为出厂检验项目。在正常情况下,每月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产鉴定时;
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 停产较长时间,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

5.2 以同等质量的产品为一批,可按产品贮罐组批,或按生产周期进行组批,最大不超过 100 t。

5.3 按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定确定采样单元数和采样方法。由于磷酸三乙酯遇空气极易吸水,采样应用清洁干燥的玻璃或塑料取样瓶,取样结束后应立即加盖密封保存。

5.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 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时,则应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输、贮存

### 6.1 标志

6.1.1 磷酸三乙酯包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志,其内容包括:

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

6.1.2 每批出厂的磷酸三乙酯都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号或生产日期;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

### 6.2 包装

磷酸三乙酯产品应采用干燥、清洁的钢桶、塑料桶包装或 IBC 集装桶,或根据用户要求包装。包装应密封,不宜与空气接触。

### 6.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏;运输途中应严防日晒雨淋;搬运时应轻装轻卸,防止包装及容器损坏。

### 6.4 贮存

磷酸三乙酯产品贮存地点应阴凉、干燥、通风,远离火源及其他危险品。

## 7 安全

### 7.1 危险警告

与眼睛接触引发严重眼刺激。

### 7.2 安全措施

7.2.1 灭火方法:用水喷射逸出液体,使其稀释成不燃性混合物,并用雾状水保护消防人员。

7.2.2 灭火剂:水、抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳、砂土。

### 7.3 急救措施

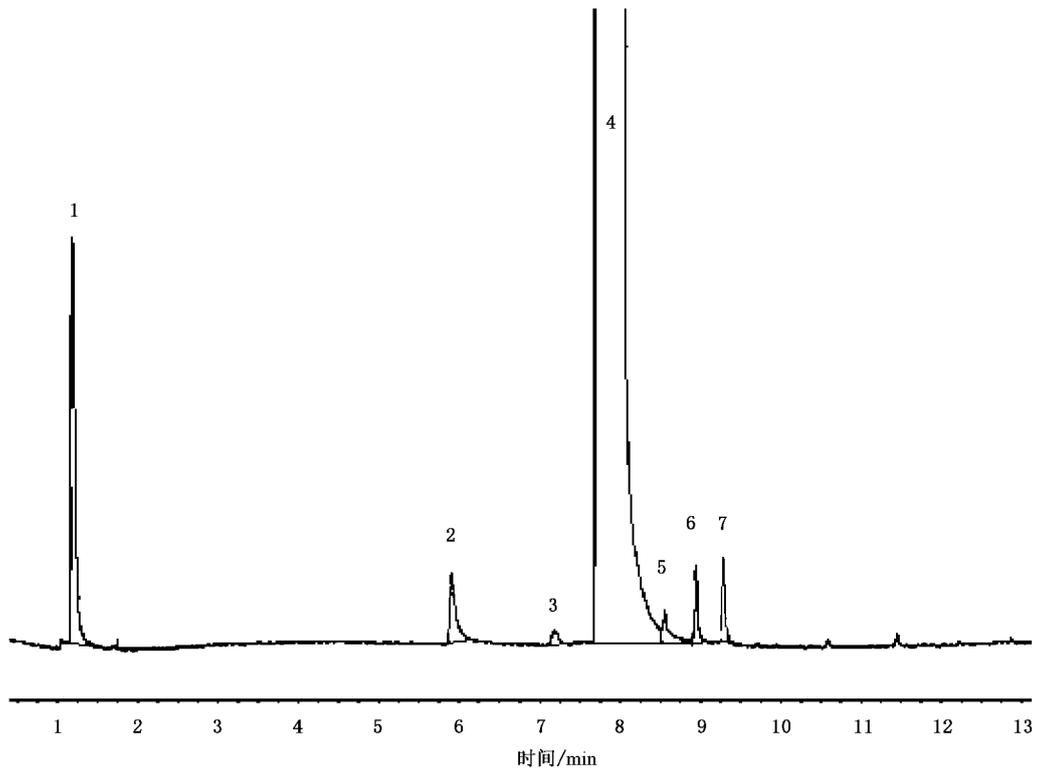
皮肤接触或进入眼睛后用清水冲洗;误吞后应用清水清洗口腔,进行催吐。如刺激症状持续,立即就医。

附录 A  
(规范性附录)

磷酸三乙酯含量测定的典型色谱图和各组分的相对保留值

A.1 磷酸三乙酯含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——乙醇；
- 2——亚磷酸二乙酯；
- 3——未知物 1；
- 4——磷酸三乙酯；
- 5——未知物 2；
- 6——未知物 3；
- 7——丁氧基磷酸二乙酯。

图 A.1 磷酸三乙酯含量测定的典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	乙醇	1.182	0.147 5
2	亚磷酸二乙酯	5.902	0.736
3	未知物 1	7.172	0.895
4	磷酸三乙酯	8.013	1
5	未知物 2	8.557	1.068
6	未知物 3	8.947	1.116
7	丁氧基磷酸二乙酯	9.288	1.159

---