

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2688—95

磷 酸 三 苯 酯

1995-04-05 发布

1996-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

磷 酸 三 苯 酯

1 主题内容与适用范围

本标准规定了磷酸三苯酯的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于由苯酚与三氯化磷反应后经氯化水解，真空蒸馏而制得的磷酸三苯酯。该产品主要用于乙酸纤维素、硝化纤维素、粘胶纤维素以及塑料等的增塑剂或绝缘材料用阻燃剂。

分子式： $(C_6H_5O)_3PO$

相对分子质量：326.29（按1991年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 618 化学试剂 结晶点测定通用方法

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1664 增塑剂外观色泽的测定（铂-钴比色法）

GB/T 1670 增塑剂热稳定性试验

GB/T 3723 工业用化学产品采样的安全通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

3.1 外观：白色结晶粉末状或片状物。

3.2 磷酸三苯酯应符合下表要求：

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度（铂-钴），号	≤ 40	50	80
热处理后色度（铂-钴），号	≤ 75	—	—
结晶点，℃	≥ 47.0	46.5	45.5
酸度（以磷酸计），%	≤ 0.010	0.015	0.020
游离酚（以苯酚计），%	≤ 0.05	0.07	0.10
水溶性杂质			
氯化物	合格	—	—
硫酸盐	合格	—	—
磷酸盐	合格	—	—

4 试验方法

本试验方法所用的试剂，均为分析纯试剂，水应符合 GB/T 6682 中的三级水。

本试验方法所用的标准滴定溶液和制剂除特殊注明外，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 制备。仪器未注明要求时为一般实验仪器。

4.1 色度的测定

4.1.1 试剂和溶液

丙酮 (GB/T 686)。

4.1.2 试验步骤

称取试样 28 g (精确至 0.5 g)，溶解于 28 mL 丙酮中，按 GB/T 1664 规定进行。

4.2 热处理后色度的测定

4.2.1 试剂和溶液

丙酮 (GB/T 686)

4.2.2 试验步骤

称取试样 28 g (精确至 0.5 g)，按 GB/T 1670 规定进行，使试样在 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 温度下保持 15 min，取出装试样的加热管，让其在空气中冷却，冷却温度在结晶点之上，再用丙酮稀释至 50 mL。按 GB/T 1664 规定进行。

4.3 结晶点的测定

按 GB/T 618 规定进行。

4.4 酸度的测定

4.4.1 试剂和溶液

4.4.1.1 95%乙醇 (GB/T 679)。

4.4.1.2 氢氧化钠 (GB/T 629) 标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.4.1.3 苯酚红指示液 (0.2 g/L): 取 50 mg 苯酚红与 2.85 mL 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液和 95%乙醇 5 mL，经温热后，再用 95%乙醇 5 mL，用水稀释至 250 mL。

4.4.2 试验步骤

取 95%乙醇 50 mL，加入苯酚红指示液 0.5 mL，用氢氧化钠标准滴定溶液中和至微粉红色，然后加入试样 25 g (精确至 0.5 g)，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微粉红色，保持 5 s。

4.4.3 结果计算

酸度 (以磷酸计) 质量百分数 (X_1) 按公式 (1) 计算

$$X_1 = \frac{c \cdot V \times 0.049}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g;

0.049——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 ($c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$) 相当的以克表示的磷酸的质量。

4.5 游离酚的测定

4.5.1 原理

酚在有硫酸存在下，与亚硝酸反应生成的亚硝基化合物，在用氨水-乙醇溶液处理下，发生互变生成醌型化合物所显现的颜色，用分光光度法测定。

4.5.2 仪器