

ICS 71.080.60; 71.080.70
G 17
备案号：59437~59440—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5157~5160—2017

工业用碳酸二乙酯、碳酸甲乙酯、
1,5-戊二醇和二碳酸二叔丁酯
(2017)

2017-07-07 发布

2018-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

ICS 71.080.70
G 17
备案号：59437—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5157—2017

工业用碳酸二乙酯

Diethyl carbonate for industrial use

2017-07-07 发布

2018-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5157—2017	工业用碳酸二乙酯	(1)
HG/T 5158—2017	工业用碳酸甲乙酯	(13)
HG/T 5159—2017	工业用 1,5-戊二醇	(25)
HG/T 5160—2017	工业用二碳酸二叔丁酯	(35)

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/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：山东石大胜华化工集团股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、东营石大胜华新材料有限公司。

本标准主要起草人：贾风雷、韩晔、王鼎、郭燕玲、赵法国、张娜、汤广德、武同霞。

工业用碳酸二乙酯

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

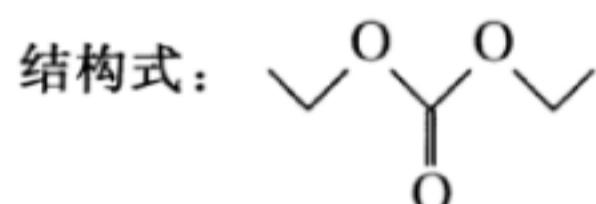
1 范围

本标准规定了工业用碳酸二乙酯的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以碳酸二甲酯与乙醇为原料生产的工业用碳酸二乙酯。

本标准电子级、高纯级和优级产品主要用于锂电池电解液，工业级产品主要用于工业有机合成及溶剂。

分子式：C₅H₁₀O₃



相对分子质量：118.13（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）适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

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 6678 化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规则和试验方法

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

GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

GB 30000.7—2013 化学品分类和标签规范 第7部分：易燃液体

3 要求

3.1 外观：无色透明液体，无可见杂质。

3.2 技术要求：工业用碳酸二乙酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标			
	电子级	高纯级	优 级	工业级
碳酸二乙酯, w/% ≥	99.99	99.97	99.95	99.90
甲醇, w/% ≤	0.002	0.005	0.01	0.03
乙醇, w/% ≤	0.002	0.005	0.01	0.03
水, w/% ≤	0.003	0.01	0.01	0.03
相对密度	0.975±0.005			
色度(铂-钴色号)/Hazen 单位 ≤	10	10	10	10
钠/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
钾/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
铜/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
铁/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
铅/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
锌/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
铬/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
镉/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—
镍/(μg/mL) ≤	1.0	—	—	—

4 试验方法

4.1 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 GB/T 6682 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.2 碳酸二乙酯、甲醇和乙醇含量的测定

4.2.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱条件下试样经汽化通过色谱柱，使其中的各组分分离。用氢火焰离子化检测器检测，以面积归一化法计算碳酸二乙酯、甲醇、乙醇的含量。

4.2.2 试剂或材料

4.2.2.1 氢气：体积分数大于 99.999 %。

4.2.2.2 氮气：体积分数大于 99.99 %。

4.2.2.3 空气：经硅胶、分子筛干燥、净化。

4.2.3 仪器设备

4.2.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID），可进行毛细管色谱柱分析。整机灵敏度应符合 GB/T 9722 的规定，线性范围满足分析要求。

4. 2. 3. 2 记录仪：色谱工作站或处理机。

4.2.3.3 进样器： $1\text{ }\mu\text{L}$ 微量进样器，或采用自动进样器，以提高检测结果的重现性及检测精度。

4.2.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	聚乙二醇 PEG-20M 熔融石英毛细管柱
柱长/柱内径/液膜厚度	60 m×0.53 mm×1 μm
汽化室温度/ °C	200
检测器温度/ °C	230
柱箱温度	程序升温：初始温度 50 °C，保持 5 min，以 5 °C/min 的速率升温至 60 °C，再以 20 °C/min 的速率升温至 180 °C，保持 5 min
进样量/ μL	0.5
柱流速/ (mL/min)	13.3
空气流量/ (mL/min)	400
氢气流量/ (mL /min)	40
分流比	4 : 1

4.2.5 试验步骤

根据仪器说明书，调节仪器至表 2 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。根据各组分色谱峰面积，采用面积归一化法定量。

4.2.6 试验数据处理

碳酸二乙酯中各组分的质量分数 w_i ，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} (100 - w_2) \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和；

w_2 ——4.3 中测得的试样中水的质量分数的数值，以%表示。

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：碳酸二乙酯含量不大于 0.1%，甲醇含量不大于 0.01%，乙醇含量不大于 0.01%。

4.3 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行测定。

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不大于两次平行测定结果的算术平均值的 20 %。

4.4 钠、钾、铜、铁、铅、锌、铬、镉、镍等金属离子的测定

4.4.1 方法提要

采用等离子体发射光谱仪测定各金属离子的含量，其他能达到同等检测标准的设备及方法均可使用。

4.4.2 试剂或材料

4.4.2.1 丙酮：电子级。

4.4.2.2 硝酸：电子级。

4.4.2.3 盐酸溶液：1+9。

取 1 份电子级盐酸，加 9 份去离子水。

4.4.2.4 硝酸溶液：1+9。

取 1 份电子级硝酸，加 9 份去离子水。

4.4.2.5 钠、钾、铜、铁、铅、锌、铬、镉、镍离子标准储备溶液：1 000 μg/mL。

4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 等离子体发射光谱仪。

4.4.3.2 一般实验室仪器：玻璃器皿，聚四氟乙烯容器。

对使用的玻璃器皿用硝酸溶液浸泡 24 h，再分别用超纯水反复冲洗，最后用丙酮进行反复冲洗，晾干。

4.4.4 试验步骤

4.4.4.1 金属离子标准溶液的制备

准确吸取 1 mL 某离子（例如钠离子）标准储备溶液（4.4.2.5）于 10 mL 容量瓶中，用盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。再吸取 1 mL 此溶液于另一 50 mL 容量瓶中，用盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，得到浓度为 2 μg/mL 的某离子标准溶液。再采用逐级稀释法配制成 0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、1.5 μg/mL 的溶液。

配制钠、钾、铁、锌、铬离子标准溶液时，用盐酸溶液逐级稀释。配制铜、铅、镉、镍离子标准溶液时，用硝酸溶液逐级稀释。

4.4.4.2 试样处理

移取 50 mL 试样于干燥的聚四氟乙烯烧杯中，然后移至通风橱内操作。加入 2 mL 硝酸，置于电热板上，缓慢加热至 120 °C，防止喷溅。加热至样品体积剩余约 1 mL 时，取下，冷却至室温。将溶液移至 50 mL 塑料容量瓶中，用去离子水冲洗聚四氟乙烯烧杯 3 次以上，洗液并入容量瓶，并定容。

至刻度，摇匀。

4.4.4.3 试样的测定

根据 GB/T 23942—2009 中 7.3.2 工作曲线法进行测定，测得相对应的离子浓度。也可利用检测设备的工作站软件进行自动取值计算结果。

4.4.5 试验数据处理

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不大于两次平行测定结果的算术平均值的 10 %。

4.5 相对密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.1 密度瓶法或 4.3.3 密度计法的规定进行。以密度瓶法为仲裁法。

4.6 色度的测定

按 GB/T 605 进行。

5 检验规则

5.1 出厂检验

本标准要求中规定的项目均为出厂检验项目。出厂检验应逐批进行。

5.2 组批规则

工业用碳酸二乙酯在原材料、工艺不变的条件下，以连续生产实际批为一个组批。每批产品不超过 100 t。

5.3 采样

工业用碳酸二乙酯采样方法按 GB/T 6678 及 GB/T 6680 的规定进行。采样总量应保证检验的需要。

5.4 判定规则

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求，桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采双倍样品进行检验，罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

5.5 保质期

在符合本标准贮存、运输的条件下，保质期为 3 个月。超过保质期，经检验合格仍可使用。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

工业用碳酸二乙酯产品包装容器上应有牢固的标志，其内容包括：

- a) 产品名称、商标；

- b) 生产厂名称和厂址；
- c) 批号或生产日期；
- d) 质量等级；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号；
- g) 符合 GB 30000.7—2013 规定的标签、GB 190 规定的“易燃液体”标志和 GB 191 规定的“向上”标志。

6.2 包装

6.2.1 工业用碳酸二乙酯产品采用罐装或镀锌铁桶包装，在不影响产品质量的条件下也可根据用户要求采用其他材质的包装容器。包装容器应密闭、干燥、清洁、无机械杂质。电子级产品应采用具有一定保压性能的密封包装，并进行氮封。

6.2.2 工业用碳酸二乙酯每批出厂的产品包装内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、等级；
- c) 生产日期或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号等。

6.3 运输

工业用碳酸二乙酯应使用危险品运输车辆运输。在运输过程中应符合国家易燃品安全规定。

工业用碳酸二乙酯为吸水性物质，在运输过程中应保持容器的密闭性，禁止雨淋。

6.4 贮存

工业用碳酸二乙酯应贮存于干燥、通风、低温的仓库中，不受日光直接照射，并隔绝热源和火种，防止吸潮和雨淋。

7 安全

7.1 危险警告

碳酸二乙酯为无色、易燃液体，熔点-43℃，沸点125.8℃，闪点25℃，空气中爆炸极限1.4%~11.0%（体积分数）。遇明火、高热会引起燃烧爆炸。

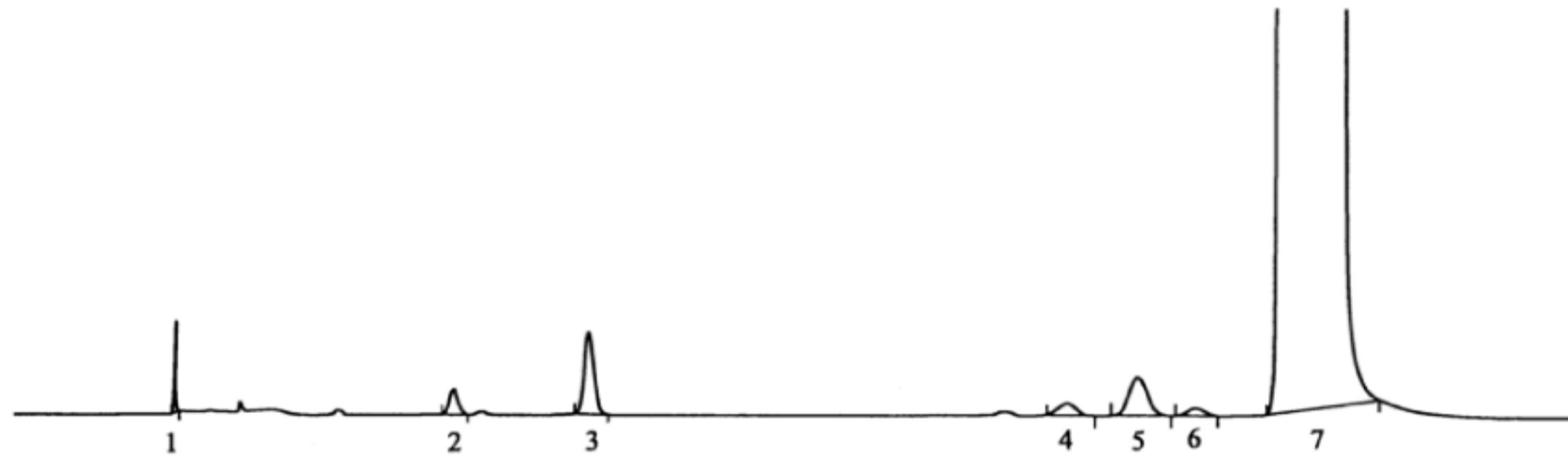
7.2 安全措施

碳酸二乙酯的贮罐周围应设置围堤，防止其泄漏。一旦泄漏，应撤离危险区域，通风、转移全部引燃源，尽可能将泄漏液收集在可密闭的容器中，用砂土或惰性吸收剂吸收残液，并转移至安全场所，不要冲入下水道。着火时，应用砂土、泡沫、二氧化碳、干粉灭火，用水灭火无效。应避免碳酸二乙酯与皮肤接触，如果溅到皮肤上或眼睛里，应马上用大量清水或生理盐水冲洗，然后迅速就医。

附录 A
(规范性附录)
碳酸二乙酯含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 碳酸二乙酯含量测定的典型色谱图

碳酸二乙酯含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：

- | | |
|-----------|-----------|
| 1——未知物 1； | 5——碳酸甲乙酯； |
| 2——乙酸乙酯； | 6——未知物 2； |
| 3——甲醇； | 7——碳酸二乙酯。 |
| 4——乙醇； | |

图 A.1 碳酸二乙酯含量测定的典型色谱图

A.2 各组分保留时间和相对保留值

各组分保留时间和相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间和相对保留值

峰序号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	未知物 1	1.39	0.16
2	乙酸乙酯	3.13	0.36
3	甲醇	3.32	0.38
4	乙醇	3.98	0.46
5	碳酸甲乙酯	6.96	0.81
6	未知物 2	7.39	0.86
7	碳酸二乙酯	8.63	1.00