

ICS 71.080.20; 71.080.60; 71.080.70

G 17

备案号: 65316~65319—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5381~5384—2018

工业用氯代正丁烷、工业用双三羟 甲基丙烷、工业用原丁酸三甲酯 和工业用原碳酸四乙酯 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5381—2018	工业用氯代正丁烷	(1)
HG/T 5382—2018	工业用双三羟甲基丙烷	(13)
HG/T 5383—2018	工业用原丁酸三甲酯	(25)
HG/T 5384—2018	工业用原碳酸四乙酯	(37)

ICS 71.080.70
G 17
备案号: 65319—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5384—2018

工业用原碳酸四乙酯

Tetraethyl orthocarbonate for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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：常州吉恩药业有限公司、南京师范大学。

本标准主要起草人：王玉琴、詹玉进、楚玉红、陈连方、吴静、刘文庆、仲崇超。

工业用原碳酸四乙酯

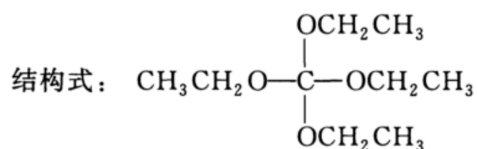
警示——本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本标准规定了工业用原碳酸四乙酯的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全。

本标准适用于以氯化苦、乙醇钠为主要原料制成的工业用原碳酸四乙酯。主要用于医药中间体的合成。

分子式：C₉H₂₀O₄



相对分子质量：192.25（按 2016 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

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 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

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 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 15258 化学品安全标签编写规定要求

3 要求

工业用原碳酸四乙酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	无色透明液体	
原碳酸四乙酯 ^a , $w/\%$	≥ 99.5	≥ 98.5
碳酸二乙酯 ^b , $w/\%$	≤ 0.20	≤ 0.50
原甲酸三乙酯 ^c , $w/\%$	≤ 0.20	≤ 0.50
水, $w/\%$	≤ 0.10	
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10
^{a, b, c} 含量以色谱纯度计。		

4 试验方法

4.1 外观

于比色管中加入适量试样，在日光灯或日光下目测。

4.2 原碳酸四乙酯纯度、碳酸二乙酯和原甲酸三乙酯含量的测定

4.2.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的条件下，使试样汽化后通过毛细管色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法定量。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.2.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.2.2.3 空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。线性范围满足分析要求。

4.2.3.2 记录仪：色谱工作站。

4.2.3.3 进样器：微量进样器，1.0 μL 。

4.2.4 色谱柱及典型色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分的相对保留值见附录 A 图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	100 %甲基聚硅氧烷
柱长/内径/液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.33 μm
柱温	程序升温：初始 50 ℃保持 2 min，以 10 ℃/min 的速率 升温至 200 ℃并保持 5 min
汽化室温度/℃	180
检测器温度/℃	240
载气 (N ₂) 流量/(mL/min)	1.1
空气流量/(mL/min)	400
氢气流量/(mL/min)	40
分流比	60 : 1
进样体积/μL	0.2

4.2.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表 2 所列色谱操作条件调试仪器，稳定后用进样器进样分析，用色谱工作站处理计算结果。

4.2.6 结果计算

工业用原碳酸四乙酯纯度、碳酸二乙酯和原甲酸三乙酯含量 w_i ，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

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

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积；

$\sum A_i$ ——所有组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，原碳酸四乙酯两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 %，碳酸二乙酯两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %，原甲酸三乙酯两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

4.3 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

4.4 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

5 检验规则

5.1 本标准第3章中规定的所有项目均为型式检验项目，其中外观、原碳酸四乙酯、碳酸二乙酯、原甲酸三乙酯、水分为出厂检验项目。

在正常生产情况下，每3个月应进行一次型式检验。

当出现以下情况时，应及时进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 合同规定；
- g) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过1d。

5.3 采样按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行。取样量应满足检测、留样所需。将样品平均分为两份，放入清洁、干燥的塑料瓶中，密封好，贴上标签，一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定按GB/T 8170修约值比较法进行。检验结果如有指标不符合本标准要求，应自两倍数量的包装单元中取样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用原碳酸四乙酯产品包装容器上应在明显位置粘贴、挂拴或喷印符合GB 15258规定的标签，并应涂有牢固的标志，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 厂址；
- d) 本标准编号；
- e) 商标；
- f) 生产日期和批号；
- g) 净含量；
- h) 符合GB 190的“易燃液体”¹⁾以及符合GB/T 191中“向上”“怕晒”的标志。

6.1.2 每一批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、厂址；
- c) 生产日期和批号；

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录B。

- d) 产品检验结果和检验结论；
- e) 本标准编号等。

6.2 包装

工业用原碳酸四乙酯应用洁净、干燥的塑料桶或钢塑复合桶包装，每桶净含量可为 50 kg 或 180 kg，或根据用户要求包装并符合国家安全规定。

6.3 运输

工业用原碳酸四乙酯在运输过程中应轻装、轻卸，防热、防雨、防潮，防止破损，避免阳光照射，避免撞击。

6.4 贮存

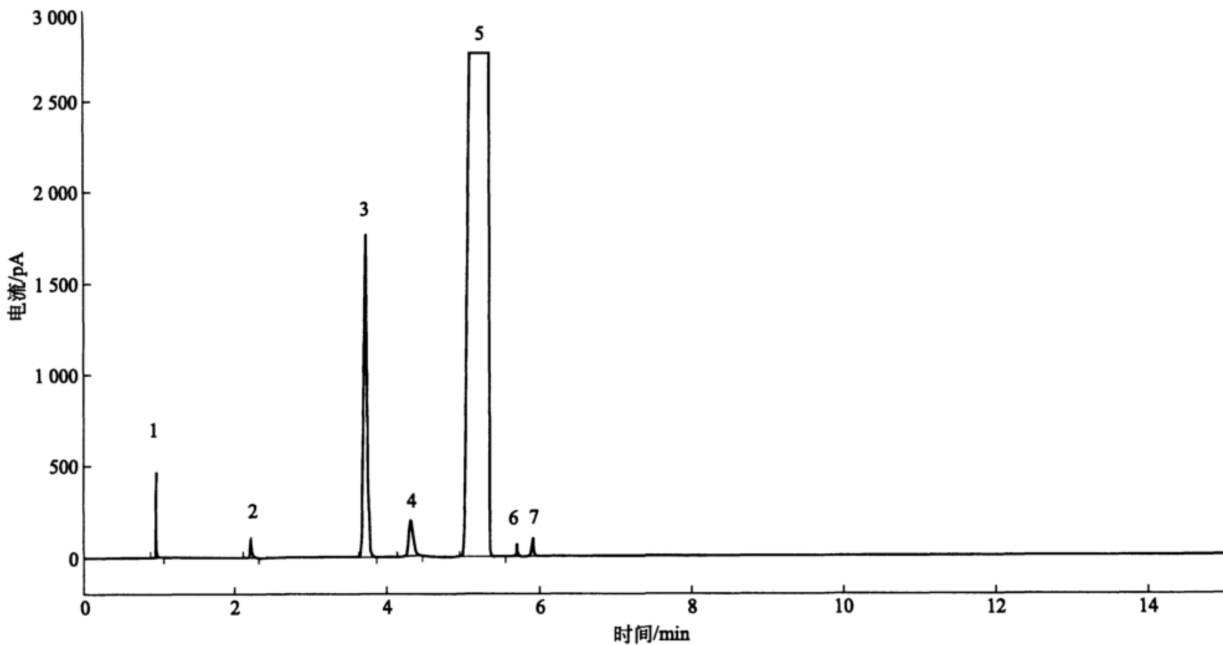
工业用原碳酸四乙酯应贮存在通风、干燥、阴凉的库房内。

附 录 A
(规范性附录)

工业用原碳酸四乙酯纯度及主要杂质测定的典型色谱图

A.1 工业用原碳酸四乙酯纯度及主要杂质测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——乙醇；
- 2——碳酸二乙酯；
- 3——原甲酸三乙酯；
- 4——三乙氧基甲醇；
- 5——原碳酸四乙酯；

6,7——未知峰。

图 A.1 工业用原碳酸四乙酯纯度及主要杂质测定的典型色谱图

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 各组分的相对保留值

峰序号	物质名称	相对保留值
1	乙醇	0.186 5
2	碳酸二乙酯	0.413 8
3	原甲酸三乙酯	0.699 9
4	三乙氧基甲醇	0.806 9
5	原碳酸四乙酯	1.000 0
6	未知峰	1.060 4
7	未知峰	1.387 1

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

原碳酸四乙酯为易燃化学品，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。与氧化剂能发生强烈反应。其蒸气比空气重，能在较低处扩散至相当远的地方，遇火源引着回燃。遇高热，容器内压力增大，有开裂和爆炸的危险。

B.2 安全措施

B.2.1 急救措施

- a) 眼睛接触：提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。就医。
- b) 皮肤接触：脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。
- c) 吸入：脱离现场至空气新鲜处。呼吸困难时，给予输氧。呼吸停止时，立即进行人工呼吸。就医。
- d) 误食：误服者立即漱口，催吐。就医。

B.2.2 消防措施

可用泡沫灭火器、干粉灭火器、二氧化碳灭火器和砂土灭火。

中华人民共和国
化工行业标准
工业用氯代正丁烷、工业用双三羟
甲基丙烷、工业用原丁酸三甲酯
和工业用原碳酸四乙酯
(2018)

HG/T 5381~5384—2018

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 3½ 字数 79.4 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2535

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：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

