

ICS 71.080.80

CCS G 17

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用乙烯基碳酸乙烯酯

Vinyl Ethylenecarbonate for industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：苏州祺添新材料股份有限公司、苏州华一新能源科技股份有限公司、江苏瀚康新材料有限公司、广州天赐高新材料股份有限公司、中国化工情报信息协会、中质标研（北京）标准化服务中心。

本文件主要起草人：傅人俊、艾玉玲、刘易贤、管晓东、王振一、陈群、姜飞、范伟贞、范超君、刘宇、张长安、姚建国。

工业用乙烯基碳酸乙烯酯

警示——本文件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。

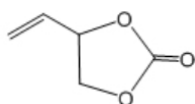
1 范围

本文件规定了工业用乙烯基碳酸乙烯酯产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以 3,4-丁烯二醇和碳酸二甲酯为原料制得的工业用乙烯基碳酸乙烯酯。

分子式：C₅H₆O₃

结构简式：



相对分子质量：114.10（按 2022 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

GB/T 6324.8 有机化工产品实验方法 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用乙烯基碳酸乙烯酯的技术要求见表 1。

表 1 工业用乙烯基碳酸乙烯酯的技术要求

项 目			指标	
			优级品	合格品
外观			无色透明液体	
乙烯基碳酸乙烯酯, w/%			≥ 99.90	≥ 95.00
水分/(mg/kg)			≤ 50	≤ 1000
金属离子/ (mg/kg)	铝 (Al)	≤	5	/
	钙 (Ca)	≤	5	/
	铬 (Cr)	≤	5	/
	铜 (Cu)	≤	5	/
	铁 (Fe)	≤	5	/
	钾 (K)	≤	5	/
	钠 (Na)	≤	5	/
	铅 (Pb)	≤	5	/
	锌 (Zn)	≤	5	/
色度 (铂-钴) /号			≤ 20	≤ 100

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

5.1 一般规定

杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 的规定制备。

5.2 外观的测定

取 20 mL 试样, 置于 50 mL 干燥的具塞比色管内, 在日光灯或自然光下径向透视观察。

5.3 乙烯基碳酸乙烯酯含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法, 试样经汽化通过毛细管色谱柱, 使乙烯基碳酸乙烯酯及其有机杂质分离, 用氢火焰离子化检测器 (FID) 检测, 采用峰面积归一化法定量。

5.3.2 试剂与材料

5.3.2.1 氮气: 体积分数不小于99.99%, 经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.2 氢气: 体积分数不小于99.99%, 经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.3 空气: 经活性炭和分子筛净化。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪: 配置氢火焰离子化检测器 (FID) 和进样分流装置, 整机稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。仪器的线性范围应满足分析要求。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器: 10 μ L。

5.3.4 试验条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2，典型色谱图及各组分保留时间参见附录 A，其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
固定相	(14% 氰丙基-苯基)-甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.33 μm
载气（氮气）流量/（mL/min）	1.5
燃烧气（氢气）流量/（mL/min）	40
助燃气（空气）流量/（mL/min）	400
柱箱温度程序	初始温度 80 ℃，保持 2 min，以 15 ℃/min 升温至 250 ℃，保持 8 min
汽化室温度/℃	280
检测器温度/℃	300
进样量/μL	0.6
分流比	50:1

5.3.5 试验步骤

开启色谱仪，待仪器各项操作条件稳定后，用微量进样器取试样溶液注入色谱仪，待各组分流出完毕，用色谱工作站进行结果处理，峰面积归一化法定量。

5.3.6 结果计算

乙烯基碳酸乙烯酯含量 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A ——试样中乙烯基碳酸乙烯酯的色谱峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的色谱峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果，计算结果保留到小数点后两位。优级品产品两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005 %，合格品产品两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.6%。

5.4 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行测定。

5.5 金属离子的测定

5.5.1 方法提要

使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES），采用标准曲线法测定试样中各金属离子含量。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 硝酸溶液：1+19，用优级纯配制。

5.5.2.2 水：符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.5.2.3 金属离子混标溶液（包含 Al、Ca、Cr、Cu、Fe、K、Na、Pb、Zn）：100 mg/kg

5.5.3 仪器和设备

5.5.3.1 分析天平：感量0.0001 g。

5.5.3.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.5.4 试验步骤

5.5.4.1 试样溶液的制备

称取 1 g 试样，精确至 0.0001 g，置于锥形瓶中，加入 19 g 硝酸溶液（见 5.5.2.1），精确至 0.0001 g，置于 105 °C 烘箱加热，直至试样完全溶解，冷却至室温后摇匀。

5.5.4.2 标准溶液的制备

用移液管移取 0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL 金属离子混标溶液（见 5.5.2.3），分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 5.5.2.1）稀释至刻度，摇匀。

5.5.4.3 试验

按电感耦合等离子体发射光谱仪操作规程打开仪器，待仪器处于稳定状态后，以硝酸溶液为空白，于相应波长处对标准溶液进行测定，以被测各金属离子浓度（mg/kg）为横坐标，对应的响应值为纵坐标绘制标准曲线。在同样仪器条件下测定试样溶液中各金属离子的响应值，在标准曲线上查出试样溶液中被测金属离子的浓度。

表 3 金属元素及等离子体发射光谱对应波长

元素	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	K	Na	Pb	Zn
波长/nm	396.153	422.673	267.716	224.700	259.94	769.896	589.592	405.783	213.856

5.5.4.4 结果计算

金属离子含量 w_2 ，以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = y \times D \dots\dots\dots (2)$$

式中：

y ——标准曲线上查得的试样溶液中各被测金属离子浓度的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；

D ——试样稀释倍数。

取两次平行测试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与算术平均值之比应不大于30%。

5.6 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

本文件第 4 章中规定的所有项目均为型式检验项目，其中外观、乙烯基碳酸乙烯酯、水分、色度为出厂检验项目，应每批检验。在正常情况下每 6 个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) 当生产工艺发生变更时；
- b) 停产后恢复生产时；
- c) 当主要原材料发生变化时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 质量监督机构依法提出要求时。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，一釜或一罐产品为一个组批。

6.3 采样

采样应按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。取样前将取样管、取样瓶用氮气通气 10 min 左右，将取样管道接在包装桶上，打开取样阀，放掉约 200 mL 置换、洗涤管道后，抽取 200 mL 试样。所取试样混匀后分别装于两个洁净干燥的具有磨口塞的玻璃瓶中，密封后贴上标签，标签上注明：产品名称、等级、批号、采样人姓名和采样日期，一瓶供质量检验部门检验用，另一瓶保存 3 个月备查。

6.4 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求，则应重新采双倍量的试样进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 工业用乙烯基碳酸乙烯酯包装容器上应有牢固清晰的标志¹⁾，其内容至少包括：

- a) 产品名称；
- b) 商标；
- c) 生产厂家名称、厂址；
- d) 批号或生产日期；
- e) 净含量；
- f) 本文件编号；
- g) 产品等级。

7.1.2 每批出厂的工业用乙烯基碳酸乙烯酯都应附有一定格式的质量证明书，内容至少包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂家名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品质量检验结果和检验结论；
- e) 本文件编号。

1) 工业用乙烯基碳酸乙烯酯的安全信息参见附录 B。

7.2 包装

工业用乙烯基碳酸乙烯酯产品可采用 25 kg 或 200 kg 的塑料桶、20 kg 或 200 kg 的不锈钢桶（带快速接头）包装，如需特殊包装，供需双方另行协商。

7.3 运输

工业用乙烯基碳酸乙烯酯装卸及运输时应轻装轻卸，运输应符合中华人民共和国对危险货物运输的有关规定。

7.4 贮存

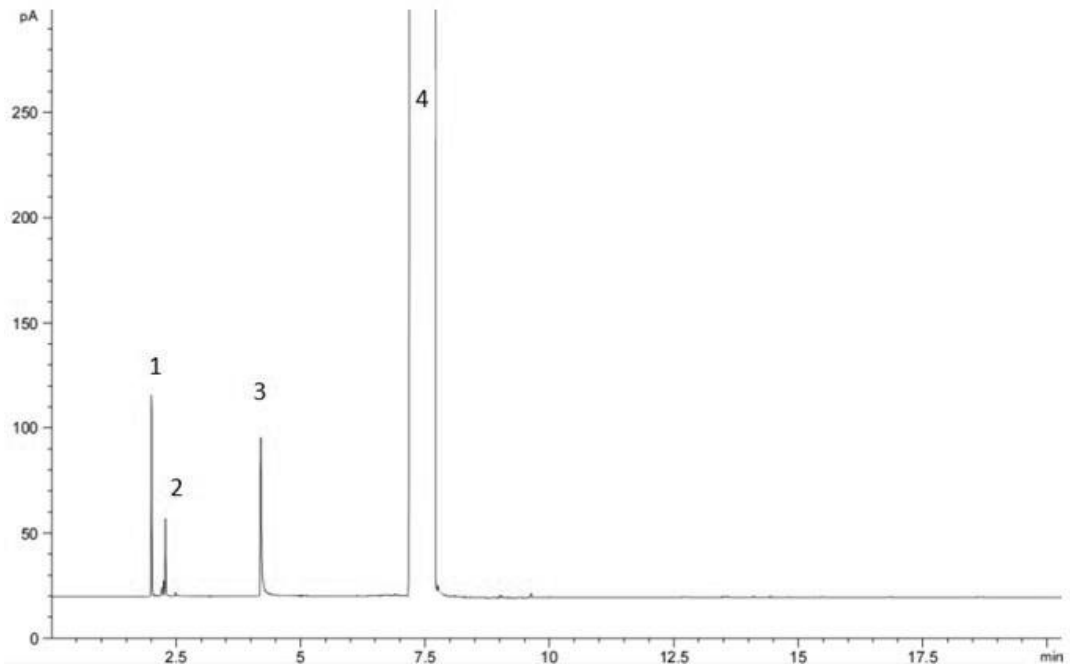
工业用乙烯基碳酸乙烯酯应贮存于干燥库房或纯氮气密封保护普通干燥环境中，贮存温度 25 ℃ 以下，保质期为 6 个月。

附 录 A
(资料性)

乙烯基碳酸乙烯酯典型色谱图和各组分保留时间

A.1 乙烯基碳酸乙烯酯典型色谱图

乙烯基碳酸乙烯酯典型色谱图如图 A.1 所示。



标引序号说明：
1——甲醇；
2——碳酸二甲酯；
3——3,4-丁烯二醇；
4——乙烯基碳酸乙烯酯。

图A.1 乙烯基碳酸乙烯酯典型色谱图

A.2 各组分保留时间

乙烯基碳酸乙烯酯各组分保留时间见表 A.1。

表A.1 乙烯基碳酸乙烯酯各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	甲醇	2.0
2	碳酸二甲酯	2.3
3	3,4-丁烯二醇	4.2
4	乙烯基碳酸乙烯酯	7.7

附 录 B
(资料性)
安全信息

- B.1 乙烯基碳酸乙烯酯沸点 237 °C，闪点 96 °C。
- B.2 乙烯基碳酸乙烯酯是 6.1 类危险品，操作时应穿戴好劳动防护用品。若不慎溅入眼睛、皮肤，应立即用大量清水或生理盐水冲洗，必要时就医。
- B.3 乙烯基碳酸乙烯酯发生火灾时，灭火剂为干粉或二氧化碳。禁止用水、泡沫和酸碱灭火剂灭火。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn