



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33107—2016

---

## 工业用碳酸二甲酯

Dimethyl carbonate 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 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 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。

本标准负责起草单位:河北新朝阳化工股份有限公司、山东石大胜华化工集团股份有限公司。

本标准参加起草单位:山东飞扬化工有限公司、东营海科新源化工有限公司、兖矿国宏化工有限责任公司。

本标准主要起草人:陈洁华、王玉兰、张建荣、丁伟涛、武同霞、王凤竹、姜伟、宋淑群、王勇。

# 工业用碳酸二甲酯

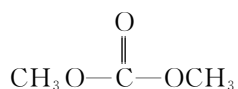
## 1 范围

本标准规定了工业用碳酸二甲酯的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以碳酸丙烯酯或碳酸乙烯酯与甲醇为原料生产的工业用碳酸二甲酯。

分子式： $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$

结构式：



相对分子质量：90.10(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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

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制品的制备

GB/T 4472—2011 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 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 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验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

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

GB 30000.7 化学品分类和标签规范 第 7 部分:易燃液体

JY/T 023—1996 石墨炉原子吸收分光光度方法通则

## 3 要求

### 3.1 外观

无色透明液体,无可见杂质。

### 3.2 技术指标

工业用碳酸二甲酯应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

| 项 目                                    | 指 标         |       |       |       |
|----------------------------------------|-------------|-------|-------|-------|
|                                        | 电子级         | 优级    | 一级    |       |
| 碳酸二甲酯 , $w/\%$                         | $\geq$      | 99.99 | 99.9  | 99.5  |
| 甲醇, $w/\%$                             | $\leq$      | 0.002 | 0.020 | 0.050 |
| 水, $w/\%$                              | $\leq$      | 0.003 | 0.020 | 0.10  |
| 密度( $\rho_{20}$ )/(g/cm <sup>3</sup> ) | 1.071±0.005 |       |       |       |
| 钠/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 钾/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 铜/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 铁/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 铅/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 锌/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 铬/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |
| 镍/(μg/mL)                              | $\leq$      | 1.0   | —     | —     |

## 4 试验方法

### 4.1 警示

本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者应采取适当的安全和健康防护措施。  
分析中使用的部分试剂具有毒性,操作时应带好眼镜、手套等防护用品。

### 4.2 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、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

### 4.3 碳酸二甲酯和甲醇含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的色谱条件下,试样经气化通过色谱柱,使其中的各组分离。用氢火焰检测器检测,以面积归一化法计算碳酸二甲酯的含量,以外标法计算甲醇含量。

#### 4.3.2 试剂

4.3.2.1 氢气:体积分数大于 99.99%。

4.3.2.2 氮气:体积分数大于 99.99%。

4.3.2.3 空气:经硅胶、分子筛干燥、净化。

4.3.2.4 甲醇:色谱纯。

4.3.2.5 碳酸二甲酯:电子级,甲醇质量分数不大于 0.001%。

### 4.3.3 仪器

4.3.3.1 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。

4.3.3.2 记录仪:色谱工作站或处理机。

4.3.3.3 进样器:10  $\mu$ L 微量进样器。

### 4.3.4 色谱分析条件

推荐的毛细管柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图和相对保留值见图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 2 推荐的色谱条件

| 项 目                            | 参 数                                                                                 |                                                                                  |
|--------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| 色谱柱                            | 熔融石英毛细管柱 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 $\mu$ m(柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度) | 熔融石英毛细管柱 60 m $\times$ 0.53 mm $\times$ 1 $\mu$ m(柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度) |
| 固定相                            | 5%的苯基,95%的二甲基聚硅氧烷                                                                   | 聚乙二醇-20 M                                                                        |
| 汽化室温度/℃                        | 180                                                                                 | 230                                                                              |
| 检测器温度/℃                        | 180                                                                                 | 230                                                                              |
| 柱箱温度                           | 初始温度 50℃,保持 5 min,升温速率 10℃/min,终止温度 150℃,保持 1 min                                   | 初始温度 50℃,保持 6 min,以 5℃/min 升温至 60℃,以 20℃/min 升温至 180℃,保持 9 min                   |
| 进样量/ $\mu$ L                   | 0.4                                                                                 | 0.4                                                                              |
| 载气(N <sub>2</sub> )流速/(mL/min) | 2.0                                                                                 | 8.0                                                                              |
| 空气流量/(mL/min)                  | 300                                                                                 | 400                                                                              |
| 氢气流量/(mL/min)                  | 30                                                                                  | 40                                                                               |
| 分流比                            | 40 : 1                                                                              | 4                                                                                |

### 4.3.5 分析步骤

#### 4.3.5.1 碳酸二甲酯含量的测定

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。根据各组分散谱峰面积,采用面积归一化法定量。

#### 4.3.5.2 甲醇含量的测定

采用称量法配制甲醇(4.3.2.4)杂质校准溶液,以碳酸二甲酯(4.3.2.5)为溶剂。各组分的称量精确至 0.000 1 g,甲醇含量的质量分数计算精确至 0.001%。所配制的甲醇杂质校准溶液中甲醇含量应与待测试样中甲醇含量相近。

用于配制甲醇杂质校准溶液的碳酸二甲酯(4.3.2.5)中甲醇含量大于 0.001%时,应修正校准溶液中的甲醇含量。

在与测定样品相同的色谱操作条件下(符合表 2 所示的操作条件),将甲醇杂质校准溶液和待测试样分别等体积注入色谱仪。平行测定,取测定的峰面积的算术平均值为测定结果。

4.3.6 结果计算

碳酸二甲酯的质量分数  $w_1$ ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} (100 - w_3) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $A$  ——碳酸二甲酯的色谱峰面积;
- $A_i$  ——组分  $i$  的色谱峰面积;
- $w_3$  ——4.4 中测得的试样中水的质量分数的数值。

甲醇的质量分数  $w_2$ ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{w_s A_j}{A_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $w_s$  ——甲醇杂质校准溶液中甲醇的质量分数的数值;
- $A_s$  ——外标物甲醇的色谱峰面积;
- $A_j$  ——试样中甲醇组分的色谱峰面积。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。碳酸二甲酯含量和甲醇含量的两次平行测定结果的绝对差值应符合表 3 要求。

表 3 两次平行测定结果的绝对差值

| 项目                | 电子级       | 优级      | 一级     |
|-------------------|-----------|---------|--------|
| 碳酸二甲酯含量, $w \leq$ | 0.05 %    |         |        |
| 甲醇含量, $w \leq$    | 0.000 8 % | 0.003 % | 0.01 % |

4.4 水分的测定

4.4.1 卡尔·费休容量法

本方法适用于优级和一级。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报告结果。两次平行测定结果的绝对差值当水分 $\leq 0.02\%$ 时不大于算术平均值的 15%,当水分 $\leq 0.1\%$ 时不大于算术平均值的 5%。

4.4.2 卡尔·费休库仑电量法

本方法适用于电子级。按 GB/T 6324.8 的规定进行。

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%。

4.5 相对密度的测定

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.1 的密度瓶法或 4.3.3 方法 3 密度计法的规定进行。以密度瓶法为仲裁法。

## 4.6 钠、钾、铜、铅、铁、锌、铬、镍等金属离子的测定

### 4.6.1 石墨炉原子吸收分光光度方法(仲裁法)

#### 4.6.1.1 试剂

4.6.1.1.1 盐酸标准溶液:0.1 mol/L。

4.6.1.1.2 硝酸标准溶液:0.1 mol/L。

4.6.1.1.3 钠、钾、铜、铅、铁、锌、铬、镍离子标准溶液:1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

#### 4.6.1.2 仪器

石墨炉原子吸收分光光度计,配钠、钾、铜、铅、铁、锌、铬、镍等空心阴极灯。

#### 4.6.1.3 分析步骤

##### 4.6.1.3.1 待测金属离子标准试验溶液(0.1 $\mu\text{g/mL}$ )的配制

以钠离子为例。用移液管吸取钠离子标准溶液(4.6.1.1.3)1 mL于100 mL容量瓶中,用盐酸标准溶液(4.6.1.1.1)稀释到刻度,反复摇匀,此溶液浓度为10  $\mu\text{g/mL}$ ,再吸取此溶液1 mL于100 mL容量瓶中,用盐酸标准溶液(4.6.1.1.1)稀释到刻度,反复摇匀,备用。该钠离子标准试验溶液浓度为0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。

配制钠、钾、铁、锌、铬离子标准试验溶液用盐酸标准溶液逐级稀释;配制铜、铅、镍离子标准试验溶液用硝酸标准溶液逐级稀释。

##### 4.6.1.3.2 样品处理

量取50 mL试样于锥形瓶中,在100  $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干。测定钠、钾、铁、锌、铬时,向该锥形瓶中加入50 mL盐酸标准溶液(4.6.1.1.1),测定铜、铅、镍时加入50 mL硝酸标准溶液(4.6.1.1.2),反复振荡、摇匀。

##### 4.6.1.3.3 试样测定

按JY/T 023—1996中规定的7.3.1标准曲线法进行。

取3次测定结果的算术平均值为报告结果。连续测定结果的任一绝对差值应在 $\pm 10\%$ 范围内。

### 4.6.2 等离子体原子发射光谱(ICP)法

#### 4.6.2.1 试剂

硝酸:优级纯。

#### 4.6.2.2 分析步骤

按GB/T 23942规定的方法进行。试样处理如下。

量取试样50 mL,精确至0.1 mL,于干燥的聚四氟乙烯烧杯中,在通风橱内操作,加入2 mL硝酸,置于电热板上,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25 mL塑料容量瓶,用去离子水冲洗聚四氟乙烯烧杯3次以上,并定容至刻度,摇匀。

#### 4.6.2.3 结果计算

某金属离子的含量 $w_3$ ,数值以 $\mu\text{g/mL}$ 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中：  
 $m_1$ ——由标准曲线查出被测元素质量的数值，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；  
 $V$ ——试料的体积的数值，单位为毫升( $\text{mL}$ )。

5 检验规则

5.1 出厂检验

本标准要求的规定的均为出厂检验项目，出厂检验应逐批进行。

5.2 组批原则

工业用碳酸二甲酯在原材料、工艺不变的条件下，以连续生产的实际批为一个组批。每批产品不超过 50 t。

5.3 采样要求

工业用碳酸二甲酯采样方法按 GB/T 6678 及 GB/T 6680 规定进行。采样总量应保证检验的需要。

5.4 检验判定

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时，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重新进行检验。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。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

工业用碳酸二甲酯产品包装容器应有牢固的标志，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 规定的标签，GB 190 规定的“易燃品”标志和 GB/T 191 规定的“向上”标志。

6.2 包装

6.2.1 工业用碳酸二甲酯产品采用罐装或镀锌铁桶包装。包装容器应密闭，干燥，清洁，无机械杂质。电子级产品应采用氮封。桶装产品每件净质量为 200 kg。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。

6.2.2 工业用碳酸二甲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

6.3.1 工业用碳酸二甲酯应使用危险品运输车辆运输。在运输过程中应防止日光照射或受热,不能与易燃品和还原剂混运。

6.3.2 工业用碳酸二甲酯为吸水性物质,在运输过程中应保持容器的密闭性,禁止雨淋。

### 6.4 贮存

工业用碳酸二甲酯应贮存于干燥、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

碳酸二甲酯为易燃有机物,遇明火、高热会引起燃烧爆炸;如出现容器破裂或渗漏现象,应用大量水冲洗,或用沙子、惰性吸收剂吸收残液,并采取相应的安全防护措施。

### 7.2 安全措施

7.2.1 碳酸二甲酯的贮罐周围应设置围堤,防止其泄漏。一旦泄漏,应通风、转移全部引燃源,尽可能将泄漏液收集在可密闭的容器中。用沙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。

7.2.2 碳酸二甲酯着火时,应用泡沫、抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉灭火。

个人防护用具:有机气体和蒸气的过滤呼吸器适用。

7.2.3 应避免碳酸二甲酯与皮肤接触,如果接触,应脱去污染的衣服,用大量水冲洗皮肤或淋浴。

7.2.4 如果溅到眼睛里,应先用大量清水冲洗几分钟,然后就医。

7.2.5 如误吸入,应到新鲜空气处休息,必要时就医。

7.2.6 如误食入,应漱口,不要催吐,必要时就医。

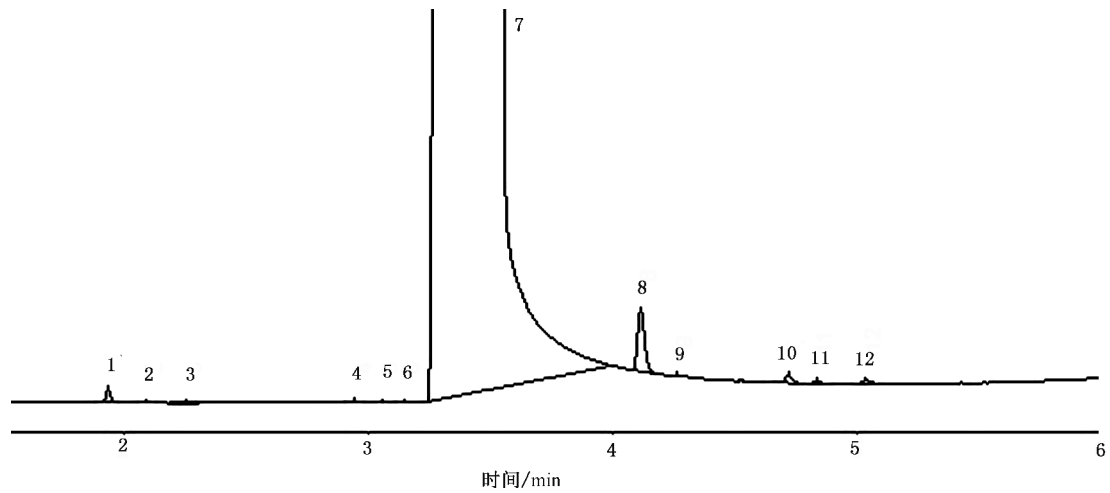
附 录 A

(规范性附录)

碳酸二甲酯含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值、  
和校正因子的测定方法

A.1 碳酸二甲酯含量测定的典型色谱图

A.1.1 5%的苯基、95%的二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱典型色谱图见图 A.1。

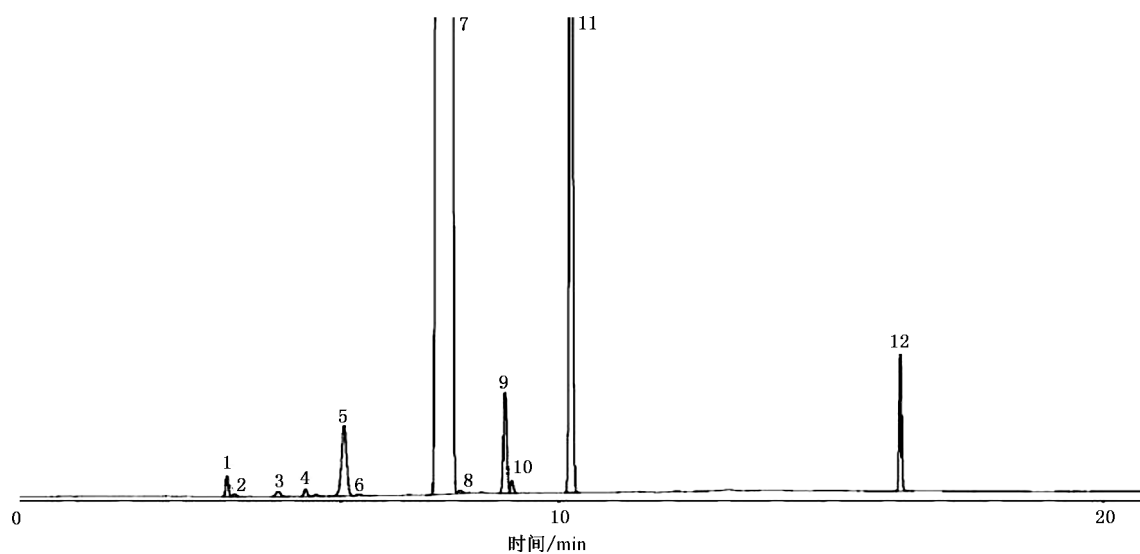


说明：

- 1 —— 甲醇；
- 2 —— 未知；
- 3 —— 未知；
- 4 —— 未知；
- 5 —— 未知；
- 6 —— 未知；
- 7 —— 碳酸二甲酯；
- 8 —— 二甲氧基丙烷；
- 9 —— 1,1-二甲氧基丙烷；
- 10 —— 未知；
- 11 —— 未知；
- 12 —— 未知。

图 A.1 5%的苯基、95%的二甲基聚硅氧烷毛细管柱测定碳酸二甲酯的典型色谱图

A.1.2 聚乙二醇 20M 毛细管色谱柱典型色谱图见图 A.2。



说明:

- 1 —— 未知;
- 2 —— 未知;
- 3 —— 未知;
- 4 —— 甲醇;
- 5 —— 未知;
- 6 —— 乙醇;
- 7 —— 碳酸二甲酯;
- 8 —— 未知;
- 9 —— 甲苯;
- 10 —— 碳酸甲乙酯;
- 11 —— 碳酸二乙酯;
- 12 —— 1,2 丙二醇。

图 A.2 聚乙二醇 20 M 毛细管柱测定碳酸二甲酯的典型色谱图

## A.2 各组分保留时间和相对校正因子

A.2.1 SE-54 毛细管色谱柱分析各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 SE-54 毛细管色谱柱分析各组分相对保留值

| 序号 | 组分名称  | 保留时间/min | 相对保留时间 |
|----|-------|----------|--------|
| 1  | 甲醇    | 1.935    | 0.55   |
| 2  | 未知    | 2.089    | 0.59   |
| 3  | 未知    | 2.252    | 0.64   |
| 4  | 未知    | 2.945    | 0.84   |
| 5  | 未知    | 3.055    | 0.87   |
| 6  | 未知    | 3.144    | 0.89   |
| 7  | 碳酸二甲酯 | 3.524    | 1.00   |

表 A.1 (续)

| 序号 | 组分名称       | 保留时间/min | 相对保留时间 |
|----|------------|----------|--------|
| 8  | 二甲氧基丙烷     | 4.112    | 1.17   |
| 9  | 1,1-二甲氧基丙烷 | 4.259    | 1.21   |
| 10 | 未知         | 4.716    | 1.34   |
| 11 | 未知         | 4.831    | 1.37   |
| 12 | 未知         | 5.028    | 1.43   |

A.2.2 聚乙二醇 20 M 毛细管色谱柱分析各组分相对保留值见表 A.2。

表 A.2 聚乙二醇 20 M 毛细管色谱柱分析各组分相对保留值

| 序号 | 组分名称    | 保留时间/min | 相对保留时间 |
|----|---------|----------|--------|
| 1  | 未知组分    | 3.75     | 0.46   |
| 2  | 未知组分    | 3.88     | 0.47   |
| 3  | 未知组分    | 4.66     | 0.57   |
| 4  | 甲醇      | 5.18     | 0.63   |
| 5  | 未知组分    | 5.89     | 0.72   |
| 6  | 乙醇      | 6.22     | 0.76   |
| 7  | 碳酸二甲酯   | 8.22     | 1.00   |
| 8  | 未知组分    | 8.45     | 1.03   |
| 9  | 甲苯      | 9.44     | 1.15   |
| 10 | 碳酸甲乙酯   | 9.62     | 1.17   |
| 11 | 碳酸二乙酯   | 10.86    | 1.32   |
| 12 | 1,2 丙二醇 | 17.11    | 2.09   |

A.3 校正因子的测定

A.3.1 试剂

A.3.1.1 碳酸二甲酯:电子级(甲醇含量 $\leq 0.001\%$ )。

A.3.1.2 校准用标准物质:甲醇,色谱纯试剂。

A.3.2 分析步骤

使用清洁、干燥、可以密封的磨口瓶,用准确称量的方法加入被测组分碳酸二甲酯和校准用标准物质甲醇,配制与实际样品中各组分含量相近的校准用标准样品。

按与测定样品相同的实验条件测定校准用标准样品,平行测定 3 次,取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。

A.3.3 相对校正因子的计算

各组分相对碳酸二甲酯的校正因子  $f_i$  按式(A.1)计算:

$$f_i = \frac{Am_i}{A_im} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$A$  —— 碳酸二甲酯的峰面积；

$A_i$  —— 组分  $i$  的峰面积；

$m$  —— 碳酸二甲酯的质量的数值，单位为克(g)；

$m_i$  —— 组分  $i$  的质量的数值，单位为克(g)。

#### A.3.4 相对校正因子的定期测定

相对校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

---