

ICS 71.080.70

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC 0029—2022

工业用原甲酸三乙酯

Triethyl orthoformate for industrial use

2022-02-22 发布

2022-04-01 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文按照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：临沭县华盛化工有限公司、河北诚信集团有限公司、营口营新化工科技有限公司、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：孙承权、申银山、袁贵玲、袁志文、林国涛、王虹、李娟、渠永娟、孙振民、吴祥然、刘宇、张长安、姚建国。



工业用原甲酸三乙酯

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。

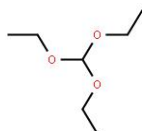
1 范围

本文件规定了工业用原甲酸三乙酯（TEOF）的技术要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以氢氰酸、无水乙醇和无水氯化氢为主要原料合成的工业用原甲酸三乙酯。

分子式： $C_7H_{16}O_3$

结构式：



相对分子质量：148.20（按2018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 190 危险货物包装标志
- 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及制品的制备
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位—铂-钴色号)
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测量 卡尔·费休法（通用方法）
- 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
- GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB 15603 常用化学危险品贮存通则

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

4.1 外观

工业用原甲酸三乙酯为无色透明液体。

4.2 要求

工业用原甲酸三乙酯的技术要求见表1。

表1 工业用原甲酸三乙酯的技术要求

项 目	指 标	
	优级品	一级品
色度（铂-钴）/号	≤ 10	10
原甲酸三乙酯, w/%	≥ 99.50	99.00
乙醇, w/%	≤ 0.25	0.45
甲酸乙酯, w/%	≤ 0.15	0.25
水分, w/%	≤ 0.04	0.04

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能会导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件除另有规定,所有试剂的纯度应为分析纯,试剂中所用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按照GB/T 601、GB/T 603之规定制备。试剂用水应符合GB/T 6682中三级用水的规定。

5.2 外观的测定

将液体产品置于50 mL无色玻璃比色管中,在自然光或日光灯下,自上向下在白色背景下用目视法判断。

5.3 色度的测定

按照 GB/T 3143 的规定测定。

5.4 原甲酸三乙酯、乙醇、甲酸乙酯及其他单个杂质的测定

5.4.1 方法提要

采用气相色谱法,在规定的色谱条件下,试样经汽化通过毛细管色谱柱,使原甲酸三乙酯、乙醇、甲酸乙酯、后峰及其他单个杂质分离,使用氢火焰离子化检测器(FID)进行检测,原甲酸三乙酯、乙醇、甲酸乙酯及其他单个杂质含量采用峰面积归一化法定量。

5.4.2 试剂与材料

5.4.2.1 氢气:体积分数不低于99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.4.2.2 氮气:体积分数不低于99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.4.2.3 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。

5.4.3.2 色谱工作站。

5.4.3.3 自动进样器或微量进样器。

5.4.4 试验条件

推荐的色谱柱和典型操作条件参见表 2。典型的色谱图和各组分保留时间参见附录 A。其他能达到同等分离效果的色谱柱和色谱条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	50%苯基-50%甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱温/℃	初始柱温 70 ℃，保持 3 min，以 18 ℃/min 的速度升至 200 ℃，保持 10 min 以上；
汽化室温度/℃	230
检测器温度/℃	250
载气(N ₂)流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	60:1
进样量/μL	0.4

5.4.5 试验步骤

开启色谱仪，在仪器各项操作条件稳定后，用自动进样器或微量进样器将样品迅速注入色谱仪中，待各组分流出完毕，用色谱工作站进行处理，用面积归一化法定量。

5.4.6 结果计算

工业用原甲酸三乙酯中各组分的含量 (w_i)，以% (质量分数) 表示，按式 (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；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和；

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，两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.10%。

5.5 水分的测定

按照 GB/T 6283 规定的方法进行测定。

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，两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.005%。

6 检验规则

6.1 本文件第 4 章全部项目均为出厂检验项目。

- 6.2 工业用原甲酸三乙酯以同等质量的均匀产品为一批。当日同一成品包装可视为一批。
- 6.3 按照 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行采样。所采总量不得少于 500 mL；混匀后分别装于两个 250 mL 的洁净干燥的具有磨口塞的小口试剂瓶或聚乙烯瓶中，密封后贴上标签，标签上注明：产品名称、采样日期、批号、采样人姓名等，一瓶作为检验用样品，另一瓶保存六个月备查，特殊要求时，可以根据情况适当增加取样量或延长保存时间。样品应避光保存。
- 6.4 检验结果的判定采用 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样品进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的，则整批产品应为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装容器上应涂刷明显的标志，内容包括：产品名称、生产厂名、净重及 GB 190 规定的相关标志¹⁾。

包装容器应附有合格证和产品质量检验报告单，内容包括：生产厂家、产品名称、生产批号、净重、生产日期、产品等级和本文件的编号等。

7.2 包装

工业用原甲酸三乙酯产品用塑料桶、镀锌铁桶加盖密封包装。产品包装应符合 GB 12463 和 GB 190 的相关规定。

7.3 运输和贮存

7.3.1 工业用原甲酸三乙酯产品在运输过程中应轻装轻卸，防止包装及容器破损。接触或搬运时应使用防护用品，防止直接接触皮肤、溅入眼睛或吸入体内。

7.3.2 工业用原甲酸三乙酯产品应按照 GB 15603 的规定贮存，贮存时应远离火源，放置阴凉、干燥、通风处，避免日晒雨淋。

1) 工业用原甲酸三乙酯安全部分的内容见附录 B。

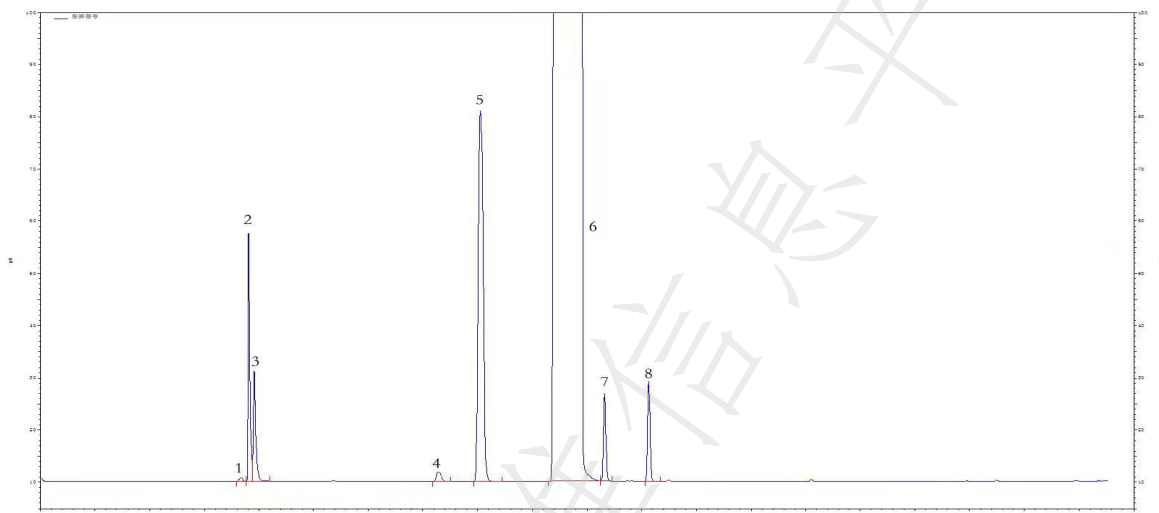
附录 A

(资料性)

原甲酸三乙酯、乙醇、甲酸乙酯、其他单个杂质的典型色谱图和各组分保留时间

A.1 原甲酸三乙酯、乙醇、甲酸乙酯、其他杂质的典型色谱图

原甲酸三乙酯、乙醇、甲酸乙酯、其他杂质的典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

2——乙醇；

3——甲酸乙酯；

1、4、5、7、8——其他杂质；

6——原甲酸三乙酯。

图 A.1 工业用原甲酸三乙酯典型色谱图

A.2 各组分保留时间

工业用原甲酸三乙酯各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	其他杂质 1	1.82
2	乙醇	1.88
3	甲酸乙酯	1.93
4	其他杂质 2	3.60
5	其他杂质 3	3.99
6	原甲酸三乙酯	4.90
7	其他杂质 4	5.12
8	其他杂质 5	5.53

附录 B
(资料性)
安全

B.1 工业用原甲酸三乙酯沸点(°C): 145.9; 闪点(°C): 30(CC), 35(OC); 熔点(°C): -61; 爆炸上限(%): 25.1; 爆炸下限(%): 0.7。微溶于水, 溶于乙醇、乙醚等大多数有机溶剂, 遇水分解。

B.2 工业用原甲酸三乙酯是无色透明有刺激性气味的液体, 对眼睛、呼吸系统和皮肤有刺激性, 操作时应穿戴好劳动防护用品。若不慎吸入体内, 立即转移到空气新鲜处, 保持呼吸道畅通, 若感到不适立即就医; 若接触皮肤, 立即去除/脱掉所有被污染的衣物, 用大量肥皂水和清水冲洗; 若不慎溅入眼睛, 应立即用大量清水冲洗, 必要时就医。

