

《工业用硫酸二甲酯》团体标准

编制说明

一、项目背景

硫酸二甲酯，是一种无色或微黄色透明、略有葱头气味的油状可燃性液体。微溶于水，可溶于乙醇、乙醚、丙酮等，CAS 号为 77-78-1，相对密度 1.33-1.35，沸点 188℃，并伴有分解现象，是重要的有机化工原料。国家“十四五”规划明确提出推动化工产业高端化、绿色化发展，要求提升精细化工产品标准体系，强化环保和安全要求。硫酸二甲酯作为农药、医药、涂料等领域的核心中间体，其标准化生产是落实《中国制造 2025》中“质量优先”战略的重要环节。

硫酸二甲酯广泛用于甲基化反应，是制造咖啡因、可待因、二甲基亚砷、香草醛、氨基比林、甲氧苄氨嘧啶、安乃近、三甲氧基苯甲醛、农药乙酰甲胺磷等产品不可缺少的原料，在农药、染料、香料等工业生产中可代替卤代烷作为甲基化剂等。目前国内产量在 40 万吨/年，国内需求量在 25 万-30 万吨/年。凯瑞英公司 20 万吨/年、远博化工 7 万吨/年、宁夏新润川泰公司 12 万吨/年。目前执行为行业标准：HG/T 4001-2008 《工业用硫酸二甲酯》，该标准已运行十多年，已无法满足现有企业高质量发展需求。

二、制定标准的必要性和意义

农药行业作为硫酸二甲酯最大消费市场，对产品纯度、稳定性要求严格。标准化生产可保障下游产品质量，提升国产农药的国际竞争力。医药领域对硫酸二甲酯的杂质含量要求极高，需通过标准规范检测方法和质量控制指标。现硫酸二甲酯行业标准技术指标仅控制主含量和酸度，且最高等级的含量要求不小于 98.5%，难以满足高质量农药、医药企业的发展要求。硫酸二甲酯的质量分数检验方法是将硫酸二甲酯与定量的氢氧化钾乙醇反应进行皂化反应，剩余的氢氧化钾乙醇溶液用硫酸标准溶液进行反滴定。根据消耗硫酸溶液得到试样中总酯量，并扣除样品中酸含量得到硫酸二甲酯含量。但此方法对操作人员技能要求较高，测定误差较大，造成各生产企业和下游客户检验结果不一，对于工艺质量控制和贸易往来都带来不良影响，因此需要提升标准质量指标，变更含量测定方法，增加检测项目，制定团体标准，便于行业内生产企业和下游客户统一验收标准，精准把控产品质量，从而实现上下产业链联动发展。

本标准是根据国内工业用硫酸二甲酯产业生产实际情况,结合用户需求制定,为流通提供贸易依据,为用户提供统一的检验交货依据。所以,制定《工业用硫酸二甲酯》团体标准势在必行。

三、主要起草过程

自标准立项后,山东化学化工学会组织临沂远博化工有限公司等单位的技术人员成立标准起草工作小组,明确了工作指导思想,制订了工作原则,确定了起草组成员和任务分工,并确定了由临沂远博化工有限公司牵头负责标准文本的初稿起草、意见汇总和修改工作,其他单位共同参与规范编制。

标准起草工作组开展了以下工作:

- (1) 调研了国内生产企业所产产品质量和执行标准。
- (2) 调研了以此产品为原料的主要生产厂企业对该产品质量的需求。
- (3) 组织工作组成员多次讨论、拟定了试验方案,并进行了试验验证。
- (4) 根据试验结果,确定了试验方法,在充分调研和分析总结的基础上,

标准编制组按要求起草了标准草稿,并按规定编制完成了征求意见稿。

四、制定标准的原则和依据以及与现行法律、法规、标准的关系

(一) 制定标准的原则

本次修标工作严格按照 GB/T 1.1—2020 的规定进行了编写和表述,并遵循以下基本原则:

- 第一、标准技术要求尽可能与国际市场接轨;
- 第二、符合国内硫酸二甲酯的生产现状;
- 第三、切合国内市场对产品质量的需求;
- 第四、所选用分析检测方法先进可用,有利于贸易。

(二) 制定标准的依据

本标准按照 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第四部分:试验方法标准》的规定和要求起草。并参考引用了以下标准:

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen单位-铂-钴色号)
- 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

HG/T 4001-2008 工业用硫酸二甲酯

(三) 与现行法律、法规、标准的关系

质量控制要求高于现行行业标准《工业用硫酸二甲酯》，增加了色度的控制要求及试验方法，增加了气相色谱法测定硫酸二甲酯含量。

五、确定标准主要（技术）内容的依据及说明

(一) 主要技术内容说明

本次修订标准查阅国内外的相关标准及文献，无相应的国际、国外标准。

根据对产品生产厂家及下游客户的调研结果，本次制定的团体标准与现行行业标准的主要技术变化见表 1，提升了纯度指标、降低了杂质-酸含量指标，并增加了色度的控制要求及试验方法，详见表 1。

表 1 工业用硫酸二甲酯技术指标

项 目	拟制定团标		行业标准HG/T 4001-2008	
	指 标		指 标	
	一等品	合格品	一等品	合格品
外观	无色或微黄色透明油状液体		无色或微黄色透明油状液体	
硫酸二甲酯 $w/\%$	≥ 99.0	≥ 98.5	≥ 98.5	≥ 98.0
酸度 $w/\%$	≤ 0.30	≤ 0.50	≤ 0.60	≤ 0.80
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 20	≤ 25	--	--

(二) 试验方法的确定及验证

2.1 外观的测定

采用目视观察法。

2.2 硫酸二甲酯含量的测定

2.2.1 化学滴定法

使样品与足量的氢氧化钾乙醇溶液进行皂化反应，剩余的氢氧化钾乙醇用硫酸标准溶液进行返滴定。具体按 HG/T 4001-2008 中 5.3 的规定进行。

2.2.2 气相色谱法

将样品注入气相色谱仪，在选定的工作条件下，气化后的试样通过毛细管柱使硫酸二甲酯与杂质分离，用氢火焰离子化检测器进行检测，采用面积归一化法进行定量。

硫酸二甲酯在常温下易与空气中水蒸气发生水解且高温下（188℃）易分解，采用气相色谱分析，必定损失一部分样品。为了验证损失是否影响测定结果，在选定的工作条件下对同

一样品进行了 10 次重复性试验，试验结果见表 2。从表 2 中可以看出选用的气相色谱法重复性好，可以满足试验要求。

表 2 气相色谱法测定重复性结果

检测项目	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
主含量, %	99.498	99.501	99.509	99.505	99.502	99.504	99.492	99.501	99.504	99.505
测定平均值, %	99.50			标准偏差, %			0.0046	相对标准偏差, %		0.0047
甲醇, %	0.215	0.202	0.200	0.197	0.193	0.187	0.193	0.198	0.199	0.199
测定平均值, %	0.19			标准偏差, %			0.0073	相对标准偏差, %		3.69

采用同一样品用两种方法分别进行测定：化学滴定法测定结果为 99.47，气相色谱法测定结果 99.50，所以两种方法均可以采用。但相对于化学滴定法，气相色谱法的重现性更好、测定流程更简便。因此此次制定团体标准将气相色谱法作为测定硫酸二甲酯含量的仲裁法。

2.3 酸度的测定

按 HG/T 4001-2008 中 5.4 的规定进行。

2.4 色度的测定

以铂钴标准溶液为标准色，目视比色法测定色度。

按选定的试验方法进行了批次试验，试验结果见表 3。

表 3 工业用硫酸二甲酯的质量台账

项目 批次	外观	硫酸二甲酯, %	酸度, %	色度 Hazen 单位 (铂-钴色号)	甲醇, %	备注
2025031710	无色透明油状液体	99.50	0.16	5	0.21	
2025031714	无色透明油状液体	99.50	0.17	5	0.20	
2025031718	无色透明油状液体	99.51	0.16	5	0.20	
2025031810	无色透明油状液体	99.51	0.16	5	0.19	
2025031814	无色透明油状液体	99.50	0.17	5	0.18	
2025031818	无色透明油状液体	99.51	0.16	5	0.19	
2025031906	无色透明油状液体	99.48	0.18	5	0.19	
2025031910	无色透明油状液体	99.49	0.17	5	0.19	
2025031914	无色透明油状液体	99.51	0.16	5	0.19	
2025031918	无色透明油状液体	99.51	0.16	5	0.19	

在现行有效行业标准 HG/T 4001-2008《工业用硫酸二甲酯》的基础上确定了工业用硫酸二甲酯团体标准的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输和贮存等内容。

六、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准中不涉及专利内容。

七、重大意见分歧的处理依据好结果

目前暂无重大意见分歧，待正式征求意见后若有重大意见分歧再补充。

八、作为推荐性或强制性标准的建议及理由

建议作为推荐性标准发布实施。

九、贯彻标准的措施

1、山东化学化工学会制定相应的实施意见，如对该团体标准的宣传、贯彻制定切实可行的措施，做好宣传培训，示范推广等工作。

2、山东化学化工学会定期对本标准实施情况进行调查，掌握动态，并对实施效果进行跟踪评估，及时解决实施中的问题，不断修改完善，提升标准水平，提高标准的科学性、合理性、协调性和可操作性。