

ICS 71.100
CCS G 11

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用二（三氯甲基）碳酸酯

Bis (trichloromethyl) carbonate 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：平顶山市神鹰化工科技有限公司、河南省祥羽药物技术研究院有限责任公司、常州吉恩药业有限公司、山东省联合农药工业有限公司、重庆天原化工有限公司、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：吴秀云、董建勋、楚玉红、刘鹏飞、何卓、刘宇、张长安、于爽。

工业用二（三氯甲基）碳酸酯

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。

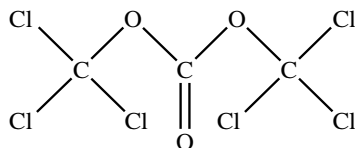
1 范围

本文件规定了工业用二（三氯甲基）碳酸酯的技术的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存。

本文件适用于以碳酸二甲酯和氯气制得的二（三氯甲基）碳酸酯，主要用于农药、医药、有机中间体、高分子材料合成等领域。

分子式： $C_3O_3Cl_6$

结构简式：



相对分子质量：296.75（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 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 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固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 23769 无机化工产品 水溶液中pH值测定通用方法

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

工业用二（三氯甲基）碳酸酯的技术指标应符合表1的规定。

表1 工业用二（三氯甲基）碳酸酯的技术指标

项 目	优 级 品	一 级 品	合 格 品
外观	白色晶体	白色晶体	白色或微黄色晶体
二(三氯甲基)碳酸酯, w/ %	≥ 99.5	99.0	98.0
干燥失重, w/ %	≤	0.5	
熔点/℃	79~81	78~81	77~81
pH	≥	2.0	

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

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂；试验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。试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定。

5.2 外观的测定

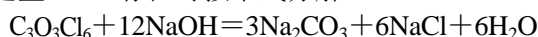
取适量样品，置于蒸发皿中，在日光或日光灯透视下目测。

5.3 二（三氯甲基）碳酸酯含量的测定

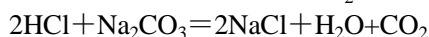
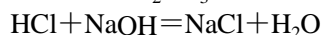
5.3.1 化学滴定法（仲裁法）

5.3.1.1 方法提要

二（三氯甲基）碳酸酯在过量NaOH存在时按下式分解：



用盐酸标准溶液滴定过量NaOH和反应生成的 Na_2CO_3 ：



先使用酚酞指示剂（变色pH范围8.0~10.0），再使用溴甲酚绿-甲基橙混合指示剂（变色pH范围3.1~4.4）滴定至终点，计算二（三氯甲基）碳酸酯的含量。

5.3.1.2 试剂和材料

5.3.1.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3.1.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3.1.2.3 基准无水碳酸钠。

5.3.1.2.4 酚酞指示剂：1%乙醇溶液。

5.3.1.2.5 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂：0.5%溴甲酚绿乙醇指示剂:0.1%甲基红乙醇指示剂=3:1。

5.3.1.3 仪器和设备

5.3.1.3.1 分析天平：感量为0.0001 g。

5.3.1.3.2 锥形瓶：250 mL。

5.3.1.3.3 容量瓶：1000 mL。

5.3.1.3.4 酸式滴定管：10 mL。

5.3.1.3.5 碱式滴定管。

5.3.1.3.6 水浴锅。

5.3.1.4 测试步骤

称取研细的试样0.15 g，精确至0.0001 g，置于250 mL锥形瓶中，用碱式滴定管加入氢氧化钠标准滴定溶液（5.3.1.2.2）20 mL，盖好塞子密封。将锥形瓶置于80℃~90℃水浴中，不断摇动，直至试样完全溶解。冷却至室温后，加入2滴酚酞指示剂（5.3.1.2.4），用盐酸标准滴定溶液（5.3.1.2.1）滴定至终点，颜色由红色变为无色，记录消耗盐酸的体积 V_1 ，再滴入10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂（5.3.1.2.5），继续用盐酸标准滴定溶液（5.3.1.2.1）滴定至终点，溶液由绿色变为酒红色，记录消耗盐酸体积 V_2 。同时做空白实验，记录消耗盐酸体积 V_{10} 和 V_{20} 。

5.3.1.5 结果计算

二（三氯甲基）碳酸酯的含量 w ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{\{(V_{10}+V_{20}) - (V_1+V_2)\} \times c \times 296.75 / 1000}{6 \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_{10} 、 V_{20} ——空白实际所消耗盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——酚酞指示剂所消耗盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——溴甲酚绿-甲基红作指示剂所消耗盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

296.75——二（三氯甲基）碳酸酯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

6——每摩尔（mol）二（三氯甲基）碳酸酯消耗6摩尔（mol）盐酸。

5.3.1.5.1 允许误差

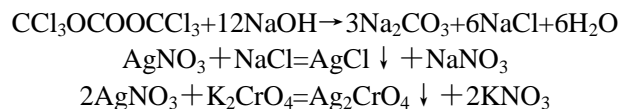
取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果。计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.3.2 沉淀滴定法

5.3.2.1 方法提要

在加热条件下，将二（三氯甲基）碳酸酯样品与过量碱反应完全，然后加入过量硝酸除去过量的碱液，最后用硝酸银标准滴定溶液滴定试样溶液中的氯离子，采用铬酸钾指示液变色来指示滴定终点，根据消耗的硝酸银标准溶液的量，计算出二（三氯甲基）碳酸酯的含量。

其反应式如下：



5.3.2.2 试剂和材料

5.3.2.2.1 氢氧化钠溶液： $c=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.2 硝酸溶液： $c=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.3 氢氧化钠溶液： $c=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.4 硝酸溶液： $c=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.5 铬酸钾指示剂：5%，称取5g铬酸钾（ K_2CrO_4 ）溶于少量蒸馏水中，滴加硝酸银溶液至有红色沉淀生成。摇匀，静置12h，然后过滤并用蒸馏水将滤液稀释至100mL。

5.3.2.2.6 酚酞指示剂：称取0.5g酚酞溶于50mL的95%乙醇中。加入50mL蒸馏水，再滴加0.05mol/L氢氧化钠溶液使呈微红色。

5.3.2.2.7 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.8 无水乙醇。

5.3.2.3 仪器和设备

5.3.2.3.1 分析天平：感量0.0001g。

5.3.2.3.2 碘量瓶：250mL。

5.3.2.3.3 水浴锅。

5.3.2.3.4 加热套。

5.3.2.3.5 酸式滴定管：10mL。

5.3.2.3.6 移液管：10 mL。

5.3.2.4 测试步骤

称取研细的试样0.1 g（精确至0.0001 g），置于250 mL碘量瓶中；加入20 mL无水乙醇，静置10 min，至样品完全溶解；用移液管加入10 mL氢氧化钠溶液（ $c=0.5 \text{ mol/L}$ ），加入20 mL蒸馏水，盖塞水封；将碘量瓶于60 °C水浴静置0.5 h~1 h，使试样完全反应；取出冷却，加入10 mL硝酸溶液（ $c=0.5 \text{ mol/L}$ ），煮沸10 min，冷却。

若pH值在6.5~10.5范围内，可直接加入1 mL铬酸钾溶液作指示剂，用硝酸银标准滴定溶液滴定样品溶液至刚出现砖红色沉淀，停止滴定；若pH超出上述范围的样品应以酚酞作指示剂，用硝酸溶液（ $c=0.05 \text{ mol/L}$ ）或氢氧化钠溶液（ $c=0.05 \text{ mol/L}$ ）调节至红色刚刚褪去，再加入1 mL铬酸钾溶液，用硝酸银标准滴定溶液滴定至刚出现砖红色沉淀，滴定终点记作 V_I 。

同时做空白试验。

5.3.2.5 结果计算

二（三氯甲基）碳酸酯的含量 w ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w = \frac{(V_I - V_0) \times c \times 296.75}{6 \times m \times 1000} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

V_0 ——空白实际所消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_I ——试样所消耗硝酸银标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

296.75——二（三氯甲基）碳酸酯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

6——每摩尔（mol）二（三氯甲基）碳酸酯消耗6摩尔（mol）盐酸。

5.3.2.6 允许差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果。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大于0.2%。

5.4 干燥失重的测定

5.4.1 分析步骤

准确称取10 g样品（精确至0.0001 g），置于硅胶干燥器中在室温条件下干燥24 h，用天平重新称取样品质量。

5.4.2 结果计算

干燥失重 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（3）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

m_1 ——干燥前样品的质量，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后样品的质量，单位为克（g）。

5.4.3 允许误差

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0.05%。

5.5 熔点的测定

按GB/T 617的规定进行测定。

5.6 pH的测定

5.6.1 试验步骤

称取研磨后的样品10 g(精确至0.01 g),置于烧杯中,加入50 mL水浸泡30 min,室温下按GB/T 23769的规定进行测定。

5.6.2 允许误差

取两次平行测定值的算术平均值作为测定结果,两次测定结果的绝对差值不大于0.2。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章的全部项目均为出厂检验项目,出厂检验每批进行一次,产品应检验合格并附有一定格式的质量证明书方可出厂。

6.2 组批

产品以一个班次连续生产的相同质量的产品为一批。

6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6679的规定进行。为了确保样品测试的准确性,在间隔相同时间(一般为2 h)连续采样6次,每批次采样20 g,6次采样样品混合均匀,取出两份20 g,分别装入两个清洁、干燥的磨口瓶中,密封,粘贴标签,注明名称、等级、批号和取样日期,一瓶检验用,另一瓶保存备查。

6.4 判定

检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时,则应重新自两倍量的包装中采样或重新取两倍量进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

产品包装桶外应有牢固的标志¹⁾,内容包括:生产厂家名称、厂址、产品名称、商标、批号、净含量、本文件编号。

7.2 包装

产品应采用内衬聚乙烯/聚丙烯袋的塑料桶装盛,加盖密封,或符合安全规程的前提下按客户要求包装。

7.3 运输

运输装卸时轻装轻卸。运输过程中要保证不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与氧化剂、碱类物质等混装混运。运输途中应防曝晒、雨淋,防高温。

7.4 贮存

应贮存在阴凉、干燥、通风良好的库房中,避免接触水。包装应密封,切勿受潮。不与碱类混储。储区应备有合适的材料收容泄漏物。在本文件规定的包装贮存条件下,产品保质期为1年。

1) 工业用二(三氯甲基)碳酸酯安全信息的内容参见附录 A。

附录 A
(资料性)
安全信息

A.1 二(三氯甲基)碳酸酯为危险化学品,属 6.1 类,编号 61908。在常温下稳定,不燃,具腐蚀性、刺激性;遇热水和碱性物质易分解;初始分解温度 130 °C,潮湿环境下 90 °C 开始分解;高温或遇火灾分解为氯甲酸、三氯甲酯、光气等。

A.2 泄漏时安全措施:处理过程中佩戴过滤式呼吸面具或正压呼吸器;对泄漏气体用水喷淋吸收;对吸入有害气体人员应迅速转移至空气新鲜处,吸氧、碳酸氢钠雾化吸入,严重者就医。

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