

中国石油和化学工业联合会团体标准

《4,4-二氟乙酰乙酸乙酯》

编制说明

(征求意见稿)

团体标准起草小组

2024 年 4 月

目 录

一、工作简况.....	1
1 任务来源.....	1
2 标准制定背景、目的意义.....	1
2.1 产品及行业概况	1
2.2 标准编制的意义及必要性	2
3 标准制定过程.....	2
二、标准编制原则、主要内容及其确立依据.....	3
1 标准的编写原则.....	3
2 标准主要内容.....	4
2.1 范围	4
2.2 规范性引用文件	4
2.3 技术要求	4
3 标准确立依据.....	5
3.1 指标项目的确定	5
3.2 指标参数的确定	5
3.2.1 外观.....	5
3.2.2 4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量	5
3.2.3 乙酰乙酸乙酯含量.....	6
3.2.4 水分.....	6
3.3 试验方法.....	7
三、试验验证情况.....	7
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况、水平分析.....	8
五、与有关法律、行政法规及相关标准的关系.....	8
六、重大分歧意见的处理经过和依据.....	8
七、涉及专利的有关说明.....	8
八、预期的经济效益、社会效益和生态效益.....	8
九、实施团体标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议	

等措施建议.....	9
十、其他应当说明的事项.....	9
附录.....	10

征求意见稿

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯编制说明

(征求意见稿)

一、工作简况

1 任务来源

根据中国石油和化学工业联合会印发《关于印发2023年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》，《二氟乙酰乙酸乙酯》被列入中国石油和化学工业联合会团体标准制定计划。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出，中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口，由福建久策气体股份有限公司、内蒙古永和氟化工有限公司、北京国化新材料技术研究院有限公司等共同组织起草。

2 标准制定背景、目的意义

2.1 产品及行业概况

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯是一种易燃、刺激性化学品，分子式为 $C_6H_8F_2O_3$ ，外观为无色透明液体，由于双酮基的存在，可以在温和的条件下引入二氟甲基，环合形成各类杂环化合物，在医药、农药领域有着广泛的应用。

在医药领域，（1）4,4-二氟乙酰乙酸乙酯可用于制备吡唑酰胺衍生物。在改善炎症性自身免疫疾病（诸如类风湿性关节炎、多发性硬化、系统性红斑狼疮等）中具有治疗价值。（2）可制备稠合的嘧啶类衍生物。可用于充当可溶性鸟苷酸环化酶的刺激物，治疗和预防心血管疾病如心力衰竭、心绞痛、高血压、肾功能衰竭、血栓栓塞等。（3）可制备吡啶类化合物。该类化合物是与骨关节相关的病症的重要媒介，例如发烧、疼痛和炎症。（4）用于制备噻唑类化合物，例如：黄嘌呤氧化酶抑制剂。该物质对于高尿酸血症及由高尿酸血症引起的各种疾病的治疗和预防具有很好的疗效。除上述化合物之外，4,4-二氟乙酰乙酸乙酯还用于制备其他杂环化合物等药物，并广泛应用于阿尔茨海默病、梦游、哮喘、痛风等

常见疾病的治疗。

在农药领域，4,4-二氟乙酰乙酸乙酯是合成3-二氟甲基-1-甲基-1H-吡唑-4-羧酸乙酯（DFMMP）的主要原料，以DFMMP为主要结构制备的SDHI类杀菌剂已引起全球广泛关注。目前，SDHI类杀菌剂中的氟唑环菌胺、苯并烯氟菌唑、吡唑萘菌胺、氟唑菌酰胺和联苯吡菌胺均已上市。4,4-二氟乙酰乙酸乙酯也可合成其他含二氟甲基吡唑类化合物，此类化合物均可用作琥珀酸脱氢酶抑制剂（SDHI）类杀菌剂。

除上述用途之外，4,4-二氟乙酰乙酸乙酯作为一种重要的有机化学品，还涉及涂料、塑料等化工领域的应用。

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯国外生产企业主要有ECHEMI、SynQuest Labs, Inc等，国内生产企业也已有数十家，目前，全球4,4-二氟乙酰乙酸乙酯市场需求量约1.6万吨/年，而中国是全球4,4-二氟乙酰乙酸乙酯最主要的生产和消费国之一，生产和使用企业数量众多。

2.2 标准编制的意义及必要性

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯下游应用领域十分广泛，关系到的生产企业和应用企业较多。随着4,4-二氟乙酰乙酸乙酯下游产品开发速度的加快，以及在新技术和产业政策的双轮驱动下，未来我国4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的市场将迎来更大的发展机遇。但国内外尚无4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的相关标准，各企业的生产指标不一，导致产品质量参差不齐，不利于该产品在行业内的应用、出口等发展。

期望通过该标准的编制实施，弥补空白，规范4,4-二氟乙酰乙酸乙酯在团体范围内的统一，在未来此材料的使用和规范层面起指导作用，提高产品的质量和竞争力，从规范角度为相关企业提供强有力的支持与保障，促进氟化工行业发展。

3 标准制定过程

为了切实做好《4,4-二氟乙酰乙酸乙酯》标准的编制工作，我们在接到任务时，成立了标准工作组，制定工作方案，主要工作过程如下：

（1）2023年10月12日，石化联合会发布了《关于征集2023年第二批中国

石油和化学工业联合会团体标准计划项目的通知》，福建久策气体股份有限公司、北京国化新材料技术研究院等企业就4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的国内外相关标准、生产现状及下游应用等方面进行调研，确定了《二氟乙酰乙酸乙酯》团体标准的基本内容和制定计划，并提交了《二氟乙酰乙酸乙酯》团体标准的项目建议书。

(2) 2023年12月19日，石化联合会召开团体标准立项审查会，起草单位重点就标准编制的背景意义、必要性及可行性进行了汇报。

(3) 2023年12月29日，石化联合会发布《关于印发2023年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》，《二氟乙酰乙酸乙酯》团体标准顺利通过立项评审答辩，被批准立项。

(4) 立项审查通过后，标准工作组结合国内外主要厂家产品指标、企业标准、下游行业对产品的性能要求等，完成了标准草案工作组讨论稿的撰写工作。

(5) 2024年3月21日，标准工作组召开了《二氟乙酰乙酸乙酯》团体标准草案第一次线上讨论会，标准草案工作组小组的各位专家及技术代表针对标准中的标准引用、技术要求、试验方法等内容展开讨论、确认。根据会上各企业技术代表和专家建议将标准名称修改为《4,4-二氟乙酰乙酸乙酯》，并对标准草案进行修改，形成了标准征求意见稿和编制说明。

二、标准编制原则、主要内容及其确立依据

1 标准的编写原则

本标准依据《中华人民共和国标准化法》，严格按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》进行编写，在标准制定过程中，相关指标的设定遵循《中国石油和化学工业联合会团体标准管理办法》和以下原则：

- 1、遵循公开、公正、公平和科学的原则；
- 2、有利于促进技术进步，提高产品质量，满足市场要求的原则；
- 3、坚持先进引领，遵循科学性、先进性原则，提高经济效益；
- 4、坚持“市场导向、先进引领、快速响应、服务产业”的原则；

5、坚持统一领导、分级负责、属地为主、资源共享、快速反应的工作原则。

2 标准主要内容

2.1 范围

本文件规定了4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以二氟乙酸乙酯为原料，与乙酸乙酯、乙醇钠等反应所产生的4,4-二氟乙酰乙酸乙酯。

2.2 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 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及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680-2003 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 7376-2008 工业用氟代烷烃中微量水分的测定

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 15258 化学品安全标签编写规定

2.3 技术要求

为了更好的满足市场需求，本标准对产品的关键技术指标进行规定，4,4-二

氟乙酰乙酸乙酯指标应符合表2规定。

表 2 技术指标

项目	指标	
	优等品	一等品
外观	无色或淡黄色透明液体	
4,4-二氟乙酰乙酸乙酯, w/%	≥98.0	≥95.0
乙酰乙酸乙酯, w/%	≤0.2	≤1.0
水分, w/%	≤0.2	≤1.0

3 标准确立依据

3.1 指标项目的确定

检验项目的设定参照国内企业产品的性能指标、下游客户的使用要求等制定，主要包括4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的外观、4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量、乙酰乙酸乙酯含量及水分四项指标。

3.2 指标参数的确定

3.2.1 外观

外观是通过对产品性状、颜色的检测判断产品是否达标，该指标的确定可以初步对产品质量进行评估，保障产品的一致性。结合的相关理化性质，本文件规定4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的外观为无色或淡黄色透明液体。

在实际生产过程中，参编企业随机抽取5个批次产品对该项指标进行检测，均为“无色透明液体”。

3.2.2 4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯是本产品的有效成分，其质量分数是反映产品纯度的重要指标，产品中残留的杂质种类和数量越少，产品的纯度越高，该指标的高低直接决定了本产品的价值和用途。为严格要求产品质量，并结合下游客户需求及行业中主要企业的实际生产水平，本文件规定优等品4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量为≥98.0%，一等品4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量为≥95.0%。

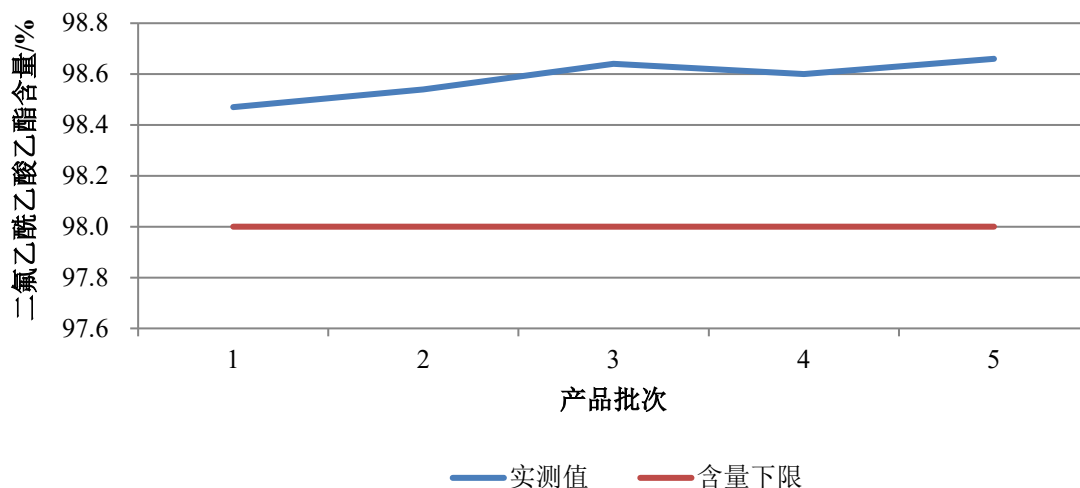


图 1 不同批次 4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量实测数据

3.2.3 乙酰乙酸乙酯含量

乙酰乙酸乙酯是本产品中的主要杂质之一，该指标的含量越低，表明反应越充分，产品的品质越高，结合行业内生产企业的实际生产情况及下游应用对该指标的要求，本文件规定优等品中乙酰乙酸乙酯的含量应 $\leq 0.2\%$ ，一等品中乙酰乙酸乙酯的含量应 $\leq 1.0\%$ 。

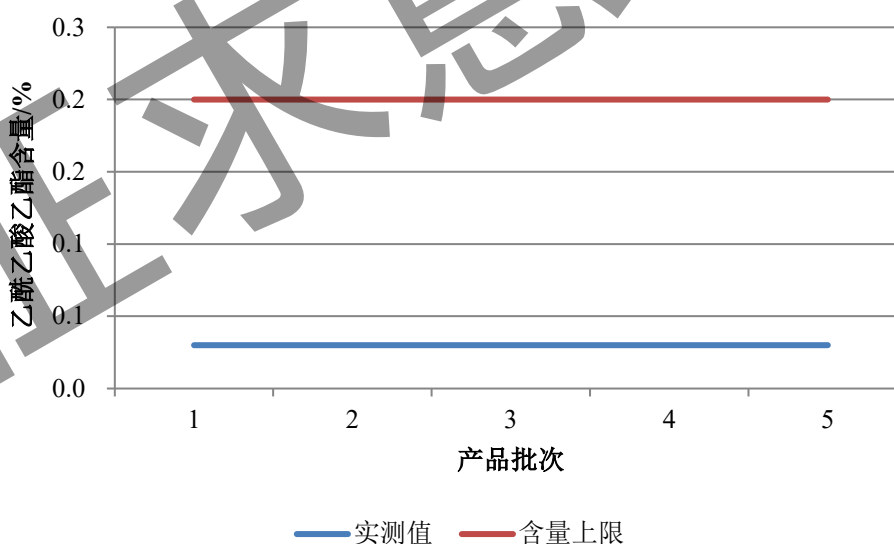


图 2 不同批次乙酰乙酸乙酯含量实测数据

3.2.4 水分

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯产品中水分的主要来源是由于原料本身易吸潮且自带

一部分水，同时潮湿的环境也会引入水分。水分增大会加剧4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的水解反应，从而影响产品性能。工作组充分调研并综合考虑企业生产情况后，规定优等品4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的水分为 $\leq 0.2\%$ ，一等品4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的水分为 $\leq 1.0\%$ 。

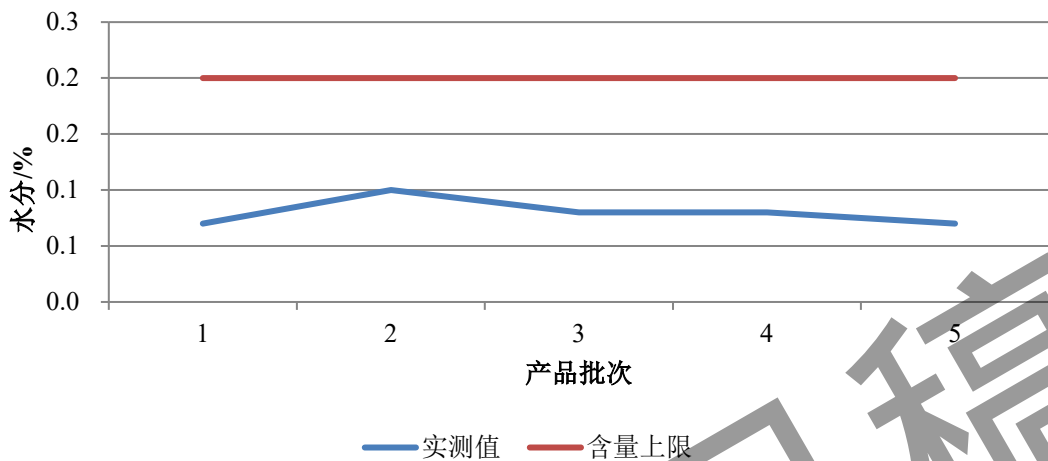


图 3 不同批次水分实测数据

3.3 试验方法

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯及乙酰乙酸乙酯含量通过气相色谱法测定。在选定的色谱条件下，试样通过色谱柱，使其中的各组分分离，用氢火焰离子化检测器或热导检测器检测，面积归一化法计算4,4-二氟乙酰乙酸乙酯和乙酰乙酸乙酯的含量。该方法具有效率高、速度快、样品用量少和灵敏度高等优点，满足本文件的检测需求。

水分按GB/T 7376中的卡尔·费休容量法进行测定。其原理是仪器的电解池中的卡氏试剂达到平衡时注入含水的样品，水参与碘、二氧化硫的氧化还原反应，在吡啶和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸吡啶，碘与试样中的水根据反应的化学计量学，按照1:1的比例发生卡尔费休反应，直至水分全部耗尽为止。依据法拉第电解定律，电解产生碘同电解时耗用的电量成正比例关系，依据消耗电量计算得出样品中所含水的质量比例。

三、试验验证情况

本次制定主要按拟定的标准方法，对4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的外观、4,4-二氟乙酰乙酸乙酯含量、乙酰乙酸乙酯含量和水分进行测定，实验结果均符合要求，拟定方法可行，试验数据见企业验证报告（附录）。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况、水平分析

无。

五、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

1. 本标准符合我国目前法律、法规的规定，本标准与其他相关标准没有矛盾之处。

2. 参照相关法律、法规和规定，在编制过程中着重考虑了科学性、适用性和可操作性。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中无重大分歧意见。

七、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利。

八、预期的经济效益、社会效益和生态效益

1. 本标准的制定使4,4-二氟乙酰乙酸乙酯产品的质量控制和质量监督有标准可依，确保4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的产品品质，有利于企业与管理部門在产品质量管理方面的协调统一，引领整个行业建立正确的质量导向。

2. 本标准的制定规范了4,4-二氟乙酰乙酸乙酯、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存，对提高4,4-二氟乙酰乙酸乙酯质量具有重要意义，为4,4-二氟乙酰乙酸乙酯生产、使用企业提供了更新、更全面、更科学的技术支持。

九、实施团体标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

1. 本标准修订、颁布后，为更好的规范相关企业的生产经营，提高4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的产品质量，促进行业快速发展，编制组建议相关部门和协会要认真做好标准的宣传培训工作，使其能真正得到实际应用，以便更好地发挥社会效益和经济效益。

2. 编制单位将对该标准执行情况进行跟踪调查，及时发现和收集标准执行中发现问题，不断修改完善，提升标准技术水平，进一步提高该标准的科学性、合理性、协调性和可操作性。

十、其他应当说明的事项

无。

附录

1. 福建久策气体有限公司《4,4-二氟乙酰乙酸乙酯》验证报告



久策气体(福清)有限公司 产品检验报告单

客户名称: 产品名称: 4,4-二氟乙酰乙酸乙酯
充装日期: 2024.03.08 到 期 日: 2025.03.07
包装规格: 200kg/桶 等 级: 优等品
批 号: 20240308001 数 量: 1000kg
检验日期: 2024.03.08
执行标准: 4,4-二氟乙酰乙酸乙酯 (团体标准)

检验项目		指 标		检验结果
		优等品	一等品	
外观		无色或淡黄色透明液体		无色透明液体
4,4-二氟乙酰乙酸乙酯, $\omega\%$		≥ 98.0	≥ 95.0	98.47
杂质	乙酰乙酸乙酯, $\omega\%$	≤ 0.2	≤ 1.0	0.03
	水分, $\omega\%$	≤ 0.2	≤ 1.0	0.07
结 论		符合要求		
备 注				

检验员: 陈缘

复 核 员: 李华

报告日期: 2024.3.9

盖 章



地址: 福建省福清市江阴经济开发区高港大道1号

编号: JCFQ-QR-ZG-169-A 保存期限: 3年