

ICS 71.100

G 16

团 体 标 准

T/ FSI XXX-XXXX

2, 2, 3, 3-四氟丙醇

2,2,3,3-Tetrafluoropropanol

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国氟硅有机材料工业协会 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会提出。

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会归口。

本标准参加起草单位：浙江巨圣氟化学有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司

本标准主要起草人：余兰仙、王志辉、陈敏剑、王永桂、周厚高。

本标准版权归中国氟硅有机材料工业协会

本标准由中国氟硅有机材料工业协会标准化委员会解释

本标准为首次制定。

2,2,3,3-四氟丙醇

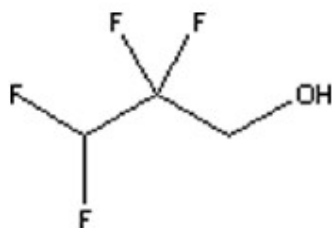
1 范围

本标准规定了 2,2,3,3-四氟丙醇的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于由四氟乙烯与甲醇调聚后精馏得到的2, 2, 3, 3-四氟丙醇。

分子式: $C_3H_4F_4O$

结构式:



相对分子质量: 132.07(按2016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, 仅所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/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 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 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 7484 水质 氟化物的测定 离子选择电极法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8325 聚合物和共聚物水分散体 pH 值测定方法

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观: 无色透明液体

3.2 2,2,3,3-四氟丙醇的质量应符合表 1 所示的技术要求。

表1 技术要求

项目	指标
----	----

	优等品	一等品	合格品
2,2,3,3-四氟丙醇, w/%	≥99.95	≥99.90	≥99.50
pH 值	5.0~8.0		
水分, w/%	≤0.015	≤0.020	≤0.025
氟化物(以 F ⁻ 计), mg/L	≤1.0	≤1.0	≤2.0
紫外吸收光度(254nm)	≤0.03		

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明要求时均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品, 在没有注明其它要求时, 均按GB/T 601和GB/T 603的规定制备。

4.2 外观的测定

将样品放置到 25mL 比色管内, 在自然光线下目视观察。

4.3 2, 2, 3, 3-四氟丙醇含量的测定

4.3.1 方法原理

本方法利用气相色谱仪, 以毛细管柱分离组分, 通过氢火焰检测器检测, 采用面积归一法确定组分含量。

4.3.2 材料和试剂

符合GB/T 9722的有关规定。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 气相色谱仪: 配有毛细管系统、分流装置、程序升温装置和氢火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定, 仪器的线性范围满足分析要求。

4.3.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.3.3.3 进样器: 1μL 的微量注射器。

4.3.4 色谱操作条件

推荐的色谱操作条件见表2。典型色谱图及相对保留值见附录A。其它能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐色谱条件

参数	条件
色谱柱	毛细管柱, 30m × 0.25mm × 0.25μm (柱长×柱内径×膜厚)
固定相	键合和改性的交联聚乙二醇
汽化温度/℃	200

柱箱温度/℃	90
检测器温度/℃	250
载气(N ₂)流速/(mL/min)	1.5
氢气流速/(mL/min)	40
空气流速/(mL/min)	400
进样量/μ L	0.4
分流比	40: 1

4.3.5 分析步骤

启动仪器，待选定的色谱工作条件稳定后，用微量注射器取0.4μL样品，通过色谱仪进样口进样。以面积归一化法定量。重复进样2次。

4.3.6 结果计算

2,2,3,3-四氟丙醇的质量分数 w ，按式(1)计算

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- A ——2,2,3,3-四氟丙醇的色谱峰面积；
- $\sum A_i$ ——样品中各组分的色谱峰面积的总和。

4.3.7 允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不超过 0.02%。

4.4 pH 值的测定

按 GB/T 8325 的规定进行，其中试样的制备方法为：用量筒量取 25mL 蒸馏水，然后在量筒中慢慢倾入 25mL 2,2,3,3-四氟丙醇产品，混合均匀后倒入 100mL 烧杯中作为试样。

4.5 水份的测定

按GB/T 6324.8的规定进行。

4.6 氟化物(以F⁻计)的测定

4.6.1 按 GB/T 7484 的规定进行，其中：

- a) 量取 50.0mL 样品置于 100mL 容量瓶中，用乙酸钠或盐酸调至近中性，用水稀释至刻度，摇匀后备用，若试样含氟不高，可用高浓度酸、碱调至中性后直接测定。
- b) 取三只聚乙烯烧杯，测定前使三只烧杯中试样温度相同，均为室温。各加入 20.00mL TISAB I 缓冲液，然后分别加入 20.00mL 氟化物标液 B (1.00μ g/mL)、试样、氟化物标液 A (10.0μ g/mL)。以甘汞电极作参比电极，氟离子选择电极为指示电极，分别读取三种溶液的电位值。

4.6.2 结果计算

氟化物(以F⁻计)的浓度C按式(3)计算：

$$T = \frac{E_x - E_B}{E_A - E_B} \dots\dots\dots(2)$$

$$C = n \times 10^T \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- C——氟化物浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- n —— 稀释倍数；
- E_x—— 样品溶液电位值，单位为毫伏(mV)；
- E_B—— 氟化物标液 B 的电位值，单位为毫伏(mV)；
- E_A—— 氟化物标液 A 的电位值，单位为毫伏(mV)。

4.7 紫外吸光度(254nm)的测定

按 GB/T 9721 的规定进行，以去离子水为参比，用 1cm 石英比色皿，直接测定样品在 254nm 处的吸光度。

5 检验规则

5.1 检验分类

2, 2, 3, 3-四氟丙醇检验分为出厂检验和型式检验。

5.2 出厂检验

四氟丙醇需经生产厂的质量检验部门按本标准检验合格并出具合格证后方可出厂。出厂检验项目为：

- a) 外观；
- b) 2,2,3,3-四氟丙醇；
- c) pH 值
- d) 水分

5.3 型式检验

2, 2, 3, 3-四氟丙醇型式检验为本标准第3章要求的所有项目。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 主要原材料或工艺方法有较大改变时；
- c) 正常生产满三个月时；
- d) 停产后又恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

5.4 组批和抽样规则

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批，其最大组批量不超过 10000kg，或以一贮槽的产品量为一批。采样方法按 GB/T 6680-2003 中 2.2.1 的规定进行,采样量不少于 200mL，分装在两只带塞密封瓶中，其中一瓶用于检验，另一瓶留样备查，保留期为六个月，样品瓶上应注明：产品名称、批号、生产日期、取样日期、取样人等。

5.5 判定规则

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。所有检验项目合格，则产品合格；若出现不合格项，允许加倍抽样对不合格项进行复检。若复检合格，则判该批产品合格；若复检仍不合格，则判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

2,2,3,3-四氟丙醇产品的包装容器上应有产品名称、批号、产品净含量、生产日期、本标准号、商标、生产单位、厂址及 GB/T 191 规定的“怕晒”、“怕雨”标识。

每批出厂产品均应附有一定格式的质量合格证明，其内容包括：生产厂名称、地址、产品名称、批号、等级、净含量、生产日期和标准编号。

6.2 包装

2,2,3,3-四氟丙醇产品采用清洁干燥的密封钢桶包装，每桶净含量为 250 kg。也可以根据用户要求包装。

6.3 运输

运输、装卸工作过程，应轻装轻卸，防止撞击，避免包装破损，防止日晒、雨淋、防高温，中途停留时应远离火种、热源、高温区。严禁与氧化剂、碱类等混装混运。

6.4 贮存

2,2,3,3-四氟丙醇产品应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。防止日光直接照射，并应隔绝火源，远离热源。保持容器密封。应与氧化剂、碱类分开存放，切忌混储。采用防爆型照明、通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。

在符合本标准包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为一年。逾期应重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。

7 安全（下述安全内容为提示性内容但不仅限于下述内容）

警告——使用本标准的人员应熟悉实验室的常规操作。本标准未涉及与使用有关的安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确保首先符合国家的相关规定。

7.1 危险警告

2,2,3,3-四氟丙醇易燃，低毒性。其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。与氧化剂可发生反应。与氢氧化钾、氢氧化钠反应剧烈。受高热分解放出有毒的气体。其蒸气比空气重，能在较低处扩散到相当远的地方，遇火源会着火回燃。若遇高热，容器内压增大，有开裂和爆炸的危险。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

- a) 皮肤接触：脱去污染的衣着，用大量流动清水冲洗。
- b) 眼睛接触：提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。就医。
- c) 吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道通畅。如呼吸困难，给输氧。如呼吸停止，

立即进行人工呼吸。就医。

d) 食入：饮足量温水，催吐，就医。

7.2.2 消防措施

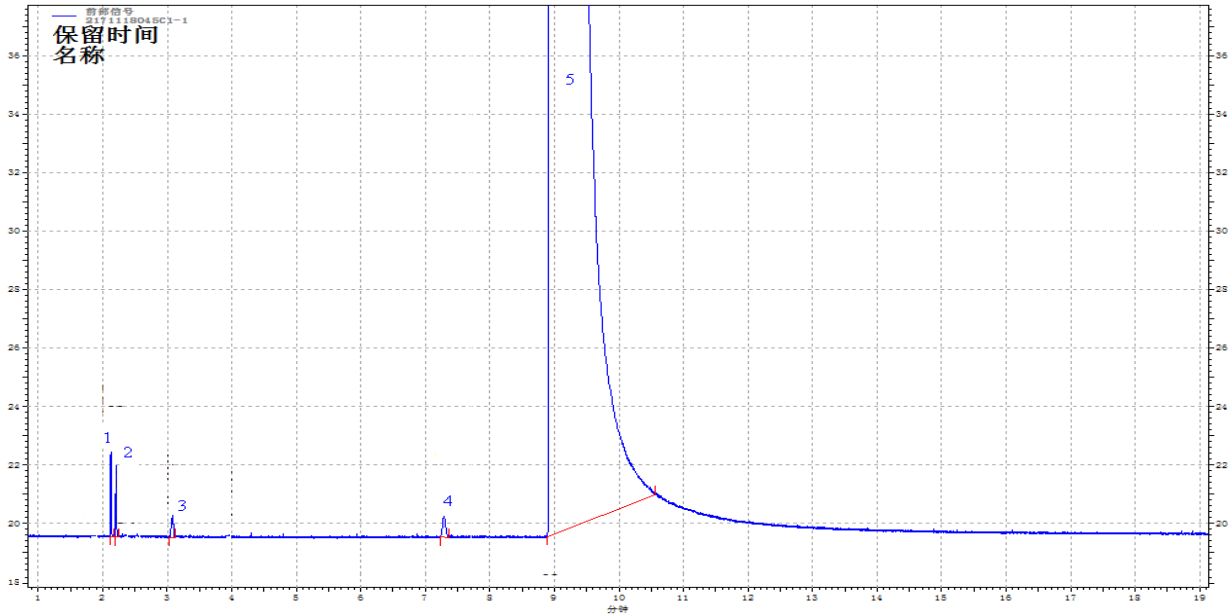
消防人员须佩戴防毒面具、穿全身消防服。灭火剂雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳、砂土。

附录 A
(规范性附录)

2,2,3,3-四氟丙醇含量测定典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 2,2,3,3-四氟丙醇含量测定典型色谱图

典型色谱图见图 A.1



说明:

- 1—甲醇;
- 2—丙酮;
- 3—叔丁醇;
- 4—未知物;
- 5—2, 2, 3, 3—四氟丙醇

图 A.1 2,2,3,3-四氟丙醇含量测定典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表A.1。

表A.1 各组分相对保留值

峰序号	名称	出峰时间, min	相对保留值
1	甲醇	2.137	0.238
2	丙酮	2.220	0.247
3	叔丁醇	3.099	0.345
4	未知物	7.330	0.816
5	2, 2, 3, 3—四氟丙醇	8.983	1