

ICS 71.080.20; 71.080.40; 71.080.60; 71.080.99

G 17

备案号: 60628~60631—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5277~5280—2017

---

### 工业用丙二醇单丁醚、对氯三氟甲苯、 三氟乙酸 (TFA) 和工业用吡啶-2-甲酸 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5277—2017	工业用丙二醇单丁醚 .....	( 1 )
HG/T 5278—2017	对氯三氟甲苯 .....	(13)
HG/T 5279—2017	三氟乙酸 (TFA) .....	(25)
HG/T 5280—2017	工业用吡啶-2-甲酸 .....	(39)

ICS 71.080.20  
G 17  
备案号: 60629—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5278—2017

---

### 对氯三氟甲苯

*p*-Chlorobenzotrifluoride

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：浙江巍华化工有限公司、浙江巍华新材料股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位：浙江康峰化工有限公司。

本标准主要起草人：陈静华、吴江伟、李俊奇、常绚超、金海洋、张泉泉、陈杰平、张增兴、卜健鸿。

## 对氯三氟甲苯

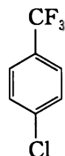
**警示——**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了对氯三氟甲苯的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存以及安全。本标准适用于以对氯甲苯、氯气、无水氟化氢等为原料精制而得的对氯三氟甲苯。

分子式： $C_7H_4ClF_3$

结构式：



相对分子质量：180.55（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 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 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

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 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 13690 化学品分类和危险性公示通则

GB/T 15098—2008 危险货物运输包装类别划分方法

### 3 要求

**3.1 外观：**无色透明液体，无可见杂质。

**3.2 对氯三氟甲苯技术指标应符合表 1 的规定。**

表 1 技术指标

项 目	指 标
对氯三氟甲苯, $w/\%$	$\geq 99.0$
邻氯三氟甲苯, $w/\%$	$\leq 0.50$
间氯三氟甲苯, $w/\%$	$\leq 0.40$
二氯三氟甲苯, $w/\%$	$\leq 0.10$
色度/Hazen 单位 (铂-钴色号)	$\leq 20$
酸度 (以 HCl 计)/(mg/kg)	$\leq 3.0$
水分, $w/\%$	$\leq 0.0200$
蒸发残渣/(mg/kg)	$\leq 20$

## 4 试验方法

### 4.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

分析中所用标准溶液、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。

### 4.2 外观的测定

量取 20 mL 试样,置于 50 mL 干燥的具塞比色管内,日光灯或自然光下横向透视观察。

### 4.3 对氯三氟甲苯及其杂质含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的色谱条件下试样经汽化通过色谱柱使其中的各组分离,用火焰离子化检测器 (FID) 检测,以面积归一化法定量。

#### 4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气:体积分数大于 99.995 %。

4.3.2.2 氢气:体积分数大于 99.995 %。

4.3.2.3 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化。

#### 4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器 (FID)。整机灵敏度要求检出限  $D \leq 1 \times 10^{-11}$  g/s,稳定性应符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。

4.3.3.2 记录仪:色谱工作站或色谱数据处理机。

4.3.3.3 采样瓶:100 mL 或 500 mL 聚乙烯瓶。

4.3.3.4 进样器:1.0  $\mu$ L 注射器或自动进样器。

4.3.4 色谱柱和典型色谱操作条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A 图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
毛细管色谱柱	30 m×0.22 mm×0.25 μm (柱长×柱内径×膜厚)
固定相	键合，聚乙二醇 20 M
柱管材质	熔融石英
汽化室温度/℃	220
检测器温度/℃	250
柱箱温度/℃	110
进样量/μL	0.3
载气	N <sub>2</sub>
载气流量/(mL/min)	0.8
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	20 : 1

4.3.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表 2 所列色谱操作条件调试仪器，稳定后准备进样分析。用注射器从采样瓶中抽取试样进样分析，或用自动进样器进样分析，以面积归一化法定量。

4.3.6 结果计算

对氯三氟甲苯及其杂质的质量分数  $w_i$ ，按公式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 \% - w_1) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_i$ ——组分  $i$  的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和；

$w_1$ ——水分的含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，对氯三氟甲苯两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.01 %，邻氯三氟甲苯、间氯三氟甲苯和二氯三氟甲苯两次平行测定结果的相对差值应不大于 10 %。

4.4 色度的测定

按 GB/T 3143 规定的方法进行测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 方法提要

用化学滴定法，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，得到酸度（以 HCl 计）。

## 4.5.2 试剂

4.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.01\text{ mol/L}$ 。

4.5.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

## 4.5.3 仪器

4.5.3.1 一般实验室用容量分析仪器和器皿。

4.5.3.2 电子天平：最大称样量不小于 200 g，感量为 0.000 1 g。

## 4.5.4 分析步骤

称取 50 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于盛有 50 mL 水的分液漏斗中，摇匀，静置分层后，取水层置于 250 mL 三角瓶中，再加入 2 滴～3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并保持 15 s 不褪色，所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积为  $V$ ；同时进行空白试验。

## 4.5.5 结果计算

酸度（以 HCl 计） $w$ ，数值以 mg/kg 表示，按公式（2）计算：

$$w = \frac{c(V - V_0) \times 0.036\ 5 \times 10^6}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V$ ——试样消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

0.036 5——盐酸（HCl）的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

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应不大于 0.5 mg/kg。

## 4.6 水分的测定

4.6.1 按 GB/T 6324.8 规定的方法进行测定，本方法作为仲裁法。

4.6.2 按 GB/T 6283—2008 第 8 章的卡尔·费休直接电量滴定法的规定进行测定。

4.6.3 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应不大于 0.01 %。

## 4.7 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 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报告结果，两次平行测定结果的绝对偏差应不大于 2.0 mg/kg。

## 5 检验规则

5.1 本标准的所有项目均为型式检验项目，其中外观、对氯三氟甲苯含量、间氯三氟甲苯含量、邻氯三氟甲苯含量、二氯三氟甲苯含量、酸度、水分为出厂检验项目。在正常情况下，每季度至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

a) 更新关键生产工艺；



- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 发生重大质量事故时。

5.2 对氯三氟甲苯以同等质量的均匀产品为一批,槽罐产品以一槽车为一批。

5.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。用塑料采样瓶进行采样,采样总量应保证检验的要求。采样后将样品瓶密封,贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样时间和采样人姓名。

5.4 检验结果判定按 GB/T 8170 的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求,产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输和贮存

### 6.1 标志

6.1.1 产品的包装容器上应有牢固、清晰的标志,其内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称;
- c) 厂址;
- d) 批号或生产日期;
- e) 净含量;
- f) 本标准编号;
- g) GB 190 中规定的“易燃液体”标志。

6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明,内容至少包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 生产日期和/或批号;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

### 6.2 包装

对氯三氟甲苯应放置在 GB/T 15098—2008 中 4.2 规定的清洁、干燥、密封良好的塑料包装桶或衬塑铁桶中,常用 200 L、250 L、1 000 L。如有特殊要求,可按销售协议另行规定包装。

### 6.3 运输

装有对氯三氟甲苯的包装桶或槽车在装卸运输过程中应轻装、轻卸,避免直接曝晒。运输应符合中华人民共和国铁路、公路对危险货物运输的有关规定。

### 6.4 贮存

对氯三氟甲苯应贮存在通风、阴凉、干燥的地方,不得靠近热源,严禁日晒、雨淋和接触腐蚀性物质。产品自生产之日起,贮存期为 1 年;逾期应按本标准规定重新检验,如符合质量要求仍可继续使用。

## 7 安全

7.1 按 GB 13690 的规定，对氯三氟甲苯属于易燃液体。对氯三氟甲苯应远离明火、高热，明火或高热会引起燃烧，放出有毒气体；装有对氯三氟甲苯的包装容器若遇高热会使容器内压力增大，有开裂的危险。

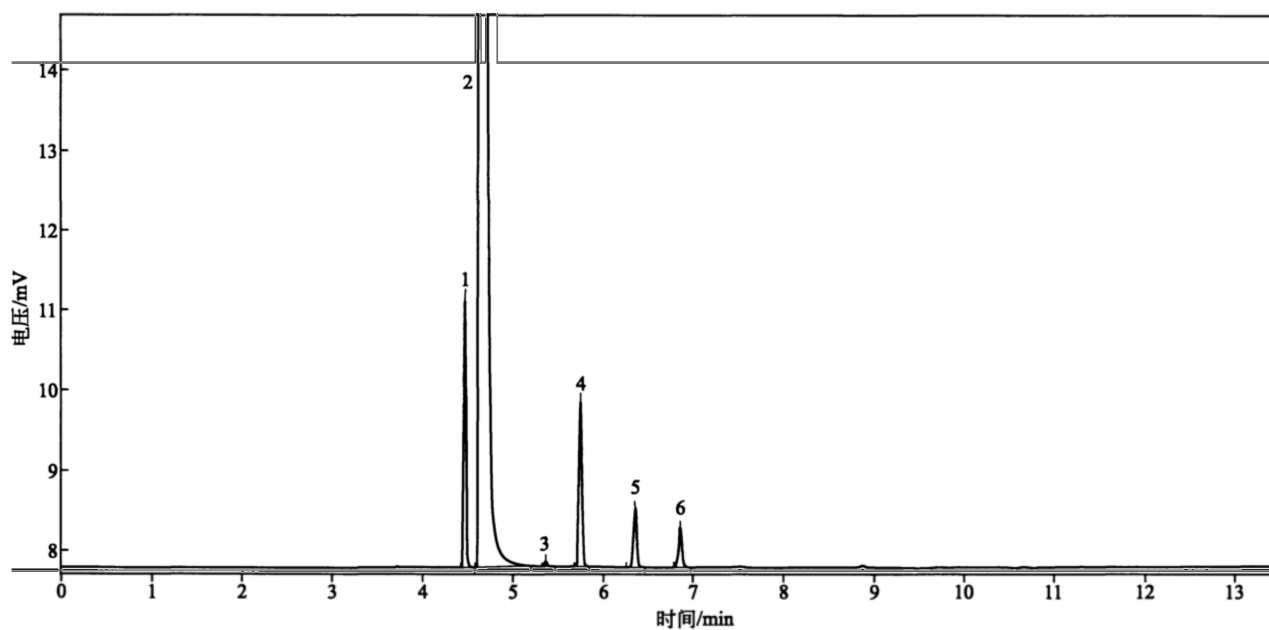
7.2 接触对氯三氟甲苯会引起皮肤刺激，其蒸气能刺激人眼、皮肤和呼吸系统，经常与皮肤接触会引起皮炎，现场人员应采取必要的防护措施。

附录 A  
(规范性附录)

对氯三氟甲苯含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 对氯三氟甲苯含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——间氯三氟甲苯；
- 2——对氯三氟甲苯；
- 3——未知杂质；
- 4——邻氯三氟甲苯；
- 5——二氯三氟甲苯；
- 6——对氯甲苯。

图 A.1 对氯三氟甲苯含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 毛细柱气相色谱法各组分相对保留值

峰序	组分名称	相对保留值
1	间氯三氟甲苯	0.951
2	对氯三氟甲苯	1.000
3	未知杂质	1.141
4	邻氯三氟甲苯	1.223
5	二氯三氟甲苯	1.352
6	对氯甲苯	1.457

---

中华人民共和国  
化工行业标准  
工业用丙二醇单丁醚、对氯三氟甲苯、  
三氟乙酸 (TFA) 和工业用吡啶-2-甲酸  
(2017)

HG/T 5277~5280—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3½ 字数 79.4 千字

2018 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2456

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年2月18日

