

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 71.080.40
G 17
备案号: 60630—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5279—2017

三氟乙酸 (TFA)

Trifluoroacetic acid

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。

本标准起草单位：浙江省化工研究院有限公司、浙江化工院科技有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、山东兴氟新材料有限公司等。

本标准主要起草人：史婉君、方路、赵燕芳、余晓峰、叶闻俊、吴华明、鬲春利、黄煜、周鹏鹏。

三氟乙酸 (TFA)

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

本标准规定了三氟乙酸（简称为 TFA）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 1,1,1-三氟三氟乙烷（CFC-113a）为原料，经三氧化硫（SO₃）氧化水解后精制而得的三氟乙酸（TFA）。

分子式：C₂HF₃O₂

结构式：CF₃COOH

相对分子质量：114.02（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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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 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 6944 危险货物分类和品名编号

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 30000.19 化学品分类和标签规范 第 19 部分：皮肤腐蚀/刺激

3 要求

3.1 外观：透明液体，无可见杂质。

3.2 三氟乙酸（TFA）技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
三氟乙酸, $w/\%$	≥ 99.7	≥ 99.5
盐酸, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10
硫酸, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10
氢氟酸, $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.010
水分, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10

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 602、GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观的测定

量取 50 mL 试样,置于 100 mL 干燥的具塞比色管内,在日光灯或自然光下横向透视观察。

4.3 三氟乙酸含量的测定

4.3.1 总酸(以 CF_3COOH 计)含量的测定

4.3.1.1 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至溶液呈粉红色,根据标准滴定溶液消耗体积计算总酸(以 CF_3COOH 计)的含量。

4.3.1.2 试剂

4.3.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.1.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

4.3.1.3 仪器

4.3.1.3.1 一般实验室用容量分析仪器和器皿。

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

4.3.1.4 分析步骤

称取 2 g~3 g 三氟乙酸试样(精确至 0.000 1 g),置于盛有 20 mL 水的 150 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数为 V_1 。同时进行空白试验。

4.3.1.5 结果计算

总酸（以 CF_3COOH 计）的质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c_1(V_1 - V_0)M_1}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_1 ——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_1 ——测定试样时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M_1 ——三氟乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{CF}_3\text{COOH})=114.02]$ ；

m_1 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——毫升与升的转换系数。

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 0.15 %。

4.3.2 三氟乙酸含量的计算

4.3.2.1 方法一（仲裁法）

三氟乙酸的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = w_1 - \left(\frac{w_4}{M_2} + \frac{w_5}{M_3} + \frac{w_7}{M_4} \right) M_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_1 ——总酸（以 CF_3COOH 计）的质量分数，以 % 表示；

w_4 ——盐酸的质量分数，以 % 表示；

w_5 ——硫酸的质量分数，以 % 表示（分光光度法）；

w_7 ——氢氟酸的质量分数，以 % 表示；

M_2 ——盐酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{HCl})=36.45]$ ；

M_3 ——硫酸 $\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=49.04\right]$ ；

M_4 ——氢氟酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{HF})=20.01]$ ；

M_1 ——三氟乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{CF}_3\text{COOH})=114.02]$ 。

4.3.2.2 方法二

三氟乙酸的质量分数 w_3 ，按公式（3）计算：

$$w_3 = w_1 - \left(\frac{w_4}{M_2} + \frac{w_6}{M_3} + \frac{w_7}{M_4} \right) M_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_1 ——总酸（以 CF_3COOH 计）的质量分数，以 % 表示；

w_4 ——盐酸的质量分数，以 % 表示；

w_6 ——硫酸的质量分数，以 % 表示（目视比浊法）；

w_7 ——氢氟酸的质量分数，以 % 表示；

M_2 ——盐酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{HCl})=36.45]$ ；

M_3 ——硫酸 $\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=49.04\right]$ ；

M_4 ——氢氟酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{HF})=20.01]$ ；

M_1 ——三氟乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{CF}_3\text{COOH})=114.02]$ 。

4.4 盐酸含量的测定

4.4.1 方法提要

用电位滴定法，用硝酸银标准滴定溶液滴定，电位值的突跃点作为滴定终点，根据标准滴定溶液消耗体积计算试样中盐酸（以 HCl 计）的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2 乙醇：95 %。

4.4.2.3 百里酚蓝指示液：1 g/L。

4.4.2.4 氢氧化钠溶液：400 g/L。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 全自动电位滴定仪（配有复合银环智能电极）。

4.4.3.2 电子天平：同 4.3.1.3.2。

4.4.4 分析步骤

称取 3 g~5 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于盛有 5 mL 蒸馏水的 100 mL 滴定杯中，加入 2 滴百里酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液调节试液的酸度至试液恰呈黄色，然后加入 30 mL 乙醇，剧烈搅拌 2 min 后，再用电位滴定仪测定，记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积数为 V_2 。

4.4.5 结果计算

盐酸的质量分数 w_4 ，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{c_2 V_2 M_2}{m_2 \times 1\,000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c_2 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔/升（mol/L）；

V_2 ——测定试样时所消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M_2 ——盐酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{HCl})=36.45]$ ；

m_2 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——毫升与升的转换系数。

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 %。

4.5 硫酸含量的测定

4.5.1 分光光度法（仲裁法）

4.5.1.1 方法原理

在酸性条件下，铬酸钡与硫酸盐生成硫酸钡沉淀和铬酸根离子。将溶液中和后，过滤除去多余的铬酸钡和生成的硫酸钡，滤液中即为硫酸盐所取代的铬酸根离子，呈现黄色，比色定量。

4.5.1.2 试剂

4.5.1.2.1 酸性铬酸钡溶液。

称取 9.72 g 铬酸钾 (K_2CrO_4) 与 12.22 g 氯化钡 ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$), 溶于 1 mol/L 盐酸溶液中, 并稀释至 500 mL。

4.5.1.2.2 氨水溶液: 1+1。

4.5.1.2.3 硫酸盐标准溶液: 1 mL 溶液含 1.00 mg 硫酸根 (SO_4^{2-})。

准确称取 1.48 g 于 110 °C 干燥至恒重的无水硫酸钠或 1.81 g 无水硫酸钾, 溶于少量水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。

4.5.1.3 仪器

4.5.1.3.1 分光光度计。

4.5.1.3.2 超声清洗器。

4.5.1.3.3 电子天平: 最大称样量不小于 200 g, 感量为 0.01 g。

4.5.1.3.4 电子天平: 同 4.3.1.3.2。

4.5.1.4 分析步骤

4.5.1.4.1 标准工作曲线的绘制

用移液管移取硫酸盐标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL, 分别置于 100 mL 容量瓶中, 加水至 50 mL, 加入 2.5 mL 酸性铬酸钡溶液, 置于超声波清洗器中超声 10 min (水温约 60 °C)。取出, 冷却后, 向各容量瓶中加入 1.0 mL 氨水溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。用双层慢速定量滤纸过滤, 弃去最初 5 mL 滤液, 然后将滤液收集于 50 mL 比色管中 (如滤液混浊, 应反复过滤至透明), 在 420 nm 波长下, 用 1 cm 比色皿测量吸光度, 记录吸光度值。其对应的硫酸根含量依次为 0.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、30.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L。以硫酸根含量为横坐标、相应的吸光度为纵坐标, 绘制标准工作曲线。

4.5.1.4.2 测定

称取 50 g 试样 (精确至 0.01 g), 置于 100 mL 烧杯中, 将其在电炉上加热蒸干, 冷却后加入 50 mL 水, 加热煮沸后冷却至室温, 移入 100 mL 容量瓶中。以下操作按 4.5.1.4.1 中自 “加入 2.5 mL 酸性铬酸钡溶液……” 至 “记录吸光度值” 为止, 从标准工作曲线上查出相应的硫酸根含量。

4.5.1.5 结果计算

硫酸的质量分数 w_5 , 按公式 (5) 计算:

$$w_5 = \frac{m_3 \times 100 \times 0.001 \times 1.02}{m_4 \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_3 ——从标准工作曲线上查出相应的硫酸根含量的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

100——试样定容的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

0.001——升与毫升的转换系数；

1.02——硫酸根与硫酸的转换系数；

m_4 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——毫克与克的转换系数。

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 0.005 %。

4.5.2 目视比浊法

4.5.2.1 方法原理

在酸性介质中，硫酸根离子与钡离子形成难溶的硫酸钡沉淀，与标准比浊溶液进行目视比浊。

4.5.2.2 试剂和材料

4.5.2.2.1 乙醇：95 %。

4.5.2.2.2 氯化钡溶液：250 g/L。

4.5.2.2.3 盐酸溶液：1+5。

4.5.2.2.4 硫酸盐标准溶液（ SO_4^{2-} ）：同 4.5.1.2.3。

4.5.2.3 标准比浊溶液的制备

用移液管移取硫酸盐标准溶液 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL，分别置于 50 mL 比色管中，加水至约 25 mL，各加 5 mL 乙醇、1 mL 盐酸溶液，在不断摇动下加入 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。其对应的硫酸根质量依次为 0.0 mg、0.5 mg、1.0 mg、2.0 mg、2.5 mg、3.0 mg、4.0 mg、5.0 mg、6.0 mg。

4.5.2.4 测定

称取 5 g 试样（精确至 0.01 g），置于预先盛有 20 mL 水的 50 mL 比色管中，以下按 4.5.2.3 中自“加水至约 25 mL……”至“放置 10 min”止，在黑色背景下与标准比浊溶液比较。

4.5.2.5 结果计算

硫酸的质量分数 w_6 ，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m_5 \times 1.02}{m_6 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_5 ——与样品管浊度相当的标准管中所含硫酸根质量的数值，单位为毫克（mg）；

1.02——硫酸根离子与硫酸的转换系数；

m_6 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——毫克与克的转换系数。

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 %。

4.6 氢氟酸含量的测定

4.6.1 方法原理

在 pH 值为 5.5~6.0 的酸性介质中，以饱和甘汞电极为参比电极、氟离子选择电极为测量电极，

用工作曲线法测定氟离子含量。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 盐酸溶液：1+4。

4.6.2.2 硝酸溶液：1+12。

4.6.2.3 氢氧化钠溶液：同 4.4.2.4。

4.6.2.4 缓冲溶液。

将 270 g 二水合柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 和 24 g 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于 800 mL 水中，然后用水稀释到 1 000 mL。

4.6.2.5 溴甲酚绿指示液：1 g/L。

4.6.2.6 氟标准溶液 I：1 mL 溶液含 1 000 μg 氟 (F)。

称取 2.211 g 在 120 $^{\circ}\text{C}$ 干燥的氟化钠，以水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，转入塑料瓶中保存。

4.6.2.7 氟标准溶液 II：1 mL 溶液含 10 μg 氟 (F)。

移取 1.0 mL 氟标准溶液 I，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，转入塑料瓶中保存。

4.6.3 仪器

4.6.3.1 氟离子选择电极。

4.6.3.2 饱和甘汞电极。

4.6.3.3 电位计。

4.6.3.4 电磁搅拌器和搅拌子。

4.6.3.5 电子天平：同 4.3.1.3.2。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 标准工作曲线

用移液管移取氟标准溶液 II 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL，分别置于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液。用氢氧化钠溶液调节溶液为蓝色，再用硝酸溶液调节为黄色，加入 10 mL 缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将溶液倒入干燥的 50 mL 塑料烧杯中，置于电磁搅拌器上，放入搅拌子，插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极，连接电位计接线，连续搅拌溶液，调节电位计零点，当电位值达到平衡时（电位变化在 5 min 内不大于 0.5 mV）停止搅拌，15 s 后记录电位值 E_x 。其对应的氟质量依次为 0.00 μg 、10.00 μg 、20.00 μg 、30.00 μg 、50.00 μg 、100.00 μg 。以氟质量 m_F 的对数为横坐标、相应的电位值为纵坐标，绘制 $E_x(\text{mV})-\lg[m_F(\mu\text{g})]$ 标准工作曲线。

注：测量每个溶液时，电极插入的深度、搅拌速度、溶液温度应保持一致。

4.6.4.2 测定

称取约 5 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于预先盛有 5 mL 水的 50 mL 容量瓶中，以下操作按

4.6.4.1 中自“加入 1 mL 盐酸溶液……”至“记录电位值 E_x ”为止。由测得的相应的电位值，从标准工作曲线上查出所测试样溶液中的氟质量 m_7 。

4.6.5 结果计算

氢氟酸的质量分数 w_7 ，按公式 (7) 计算：

$$w_7 = \frac{m_7 \times 1.053}{m_8 \times 1\,000\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_7 ——从标准工作曲线上查出所测试样溶液中的氟质量的数值，单位为微克 (μg)；

1.053——氟与氟化氢的转换系数；

m_8 ——试料的质量的数值，单位为 g；

1 000 000——微克与克的转换系数。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.001 %。

4.7 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行。

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 0.002 %。

5 检验规则

5.1 本标准均采用出厂检验。本标准要求中的外观、三氟乙酸含量、盐酸含量、硫酸含量、氢氟酸含量和水分均为出厂检验项目，应每批进行检验。

5.2 三氟乙酸以同等质量的均匀产品为一批，桶装产品以不大于 20 t 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。用聚乙烯或聚四氟乙烯采样瓶进行采样，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、产品等级、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) 产品等级；

- g) 本标准编号；
- h) GB 30000.19 中规定的“腐蚀”和“危险”标签。

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

三氟乙酸应放置在符合 GB 6944 包装规定的清洁、干燥、密封良好的塑料包装桶或衬塑铁桶或槽罐中，常用 25 L、50 L、100 L、250 L。如有特殊要求，可按销售协议另行规定包装。

6.3 运输

三氟乙酸产品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、公路等对危险货物运输的有关规定。

6.4 贮存

三氟乙酸应贮存在通风、阴凉、干燥的地方，不得靠近热源、火源。

7 安全

7.1 按 GB 6944 的规定，三氟乙酸属于第 8 类腐蚀性物质。具有腐蚀性，对眼睛、皮肤、黏膜和上呼吸道有强烈刺激作用，如不慎接触，用大量清水冲洗，就医。操作时需要穿戴适当的防护手套、防护眼镜和其他必需的防护装备。

7.2 生产厂应提供三氟乙酸安全说明书和安全标签。

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

