



中华人民共和国国家标准

GB/T 38593—2020

间三氟甲基苯胺

m-Aminobenzotrifluoride

2020-03-31 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:浙江巍华化工有限公司、浙江巍华新材料股份有限公司、浙江闰土股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、江苏丰华化学工业有限公司。

本标准主要起草人:陈静华、潘强彪、常绚超、李俊奇、黄煜、卜鲁周、吴江伟、张增兴、马良、陈杰平、葛天权、张泉泉、赵红英、陈素娟、李付香。

库七七 www.k99w.com 提供下载

间三氟甲基苯胺

警示——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。

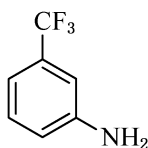
1 范围

本标准规定了间三氟甲基苯胺的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由三氟甲苯经硝化、还原及精馏制得的间三氟甲基苯胺。

分子式: $C_7H_6F_3N$

结构式:



相对分子质量:161.12(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 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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

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/T 15098—2008 危险货物运输包装类别划分方法

3 产品分类

间三氟甲基苯胺按用途分为Ⅰ型、Ⅱ型和Ⅲ型。Ⅰ型应用于医药合成领域;Ⅱ型应用于农药合成领域;Ⅲ型应用于其他领域。

4 技术要求

4.1 外观:无色或浅黄色透明油状液体,无可见杂质。

4.2 间三氟甲基苯胺应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项目	指标		
	I	II	III
间三氟甲基苯胺, $w/\%$	≥ 99.80	≥ 99.50	≥ 99.00
邻三氟甲基苯胺, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.15	≤ 0.20
对三氟甲基苯胺, $w/\%$	≤ 0.20	≤ 0.40	≤ 0.80
氟离子(F^-)/(mg/L)	≤ 5.0	≤ 10.0	—
水分, $w/\%$	≤ 0.10		

5 试验方法

5.1 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 和 GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观的测定

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

5.3 间三氟甲基苯胺及其杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的色谱条件下,试样经汽化后通过色谱柱,使其中的各组分离,用氢火焰离子化检测器检测,采用面积归一化法定量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 氮气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.2 氢气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.2.3 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及氢火焰检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。

5.3.3.2 记录仪:色谱工作站或色谱数据处理机。

5.3.3.3 进样器:1.0 μL 注射器或自动进样器。

5.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。典型色谱图和各组分相对保留值见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

项目	参数
色谱柱	键合交联聚乙二醇(20 M)熔融石英毛细管
柱长×柱内径×膜厚	30 m×0.25 mm×0.25 μm
汽化室温度	220 ℃
检测器温度	250 ℃
柱箱温度	160 ℃
载气	N ₂
载气流量	0.8 mL/min
空气流量	300 mL/min
氢气流量	30 mL/min
分流比	20 : 1
进样量	0.3 μL

5.3.5 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,待仪器稳定后进行测定。用色谱数据处理机或工作站记录各组分的峰面积计算结果。

5.3.6 结果计算

间三氟甲基苯胺及其杂质的质量分数 w_i ,按式(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 ——按 5.5 测得的试样中水的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值报告结果,间三氟甲基苯胺两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.01%;邻三氟甲基苯胺和对三氟甲基苯胺两次平行测定结果的相对差值应不大于 10%。

5.4 氟离子(F^-)的测定

5.4.1 方法提要

以饱和甘汞电极为参比电极,氟离子选择电极为测量电极,用工作曲线法测定试样中氟离子(F^-)含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 总离子强度调节缓冲溶液(TISAB):量取约 500 mL 水于 1 L 烧杯内,加入 57 mL 冰乙酸、58 g 氯化钠、4.0 g 环己二胺四乙酸(CDTA),搅拌溶解。置烧杯于冷水中,慢慢地在不断搅拌下加入 6 mol/L 氢氧化钠溶液,使 pH 达到 5.0~5.5,转入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

5.4.2.2 氟化物标准溶液:用移液管吸取氟化钠标准贮备液(按 GB/T 602 制备)10.00 mL,注入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液每毫升含氟 10.0 μg 。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 氟离子选择电极。

5.4.3.2 饱和甘汞电极。

5.4.3.3 电位计。

5.4.3.4 电磁搅拌器与搅拌子。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 标准工作曲线

用移液管移取氟化物标准溶液 1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL TISAB,用水稀释至标线,摇匀,分别注入 100 mL 聚乙烯杯中,放入搅拌子,以浓度由低到高为顺序,分别依次插入电极,连续搅拌溶液,记录平衡时的电位值。以氟离子含量的对数值为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

5.4.4.2 测定

用移液管移取 1 mL 间三氟甲基苯胺试样置于预先盛有 5 mL 水的 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL TISAB,用水稀释至标线,摇匀,注入 100 mL 聚乙烯杯中,放入搅拌子,插入电极,连续搅拌溶液,记录平衡时的电位值。

5.4.5 结果计算

根据测定所得的电位值,从标准工作曲线查出相应的氟离子含量对数值,求反对数得到以毫克每升(mg/L)表示的氟离子含量。

取两次平行测定结果的算术平均值报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30 mg/L。

5.5 水分的测定



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

取两次平行测定结果的算术平均值为测定报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.001%。

5.5.2 按 GB/T 6283 中“直接电量滴定法”的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.003%。

6 检验规则

6.1 本标准的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验应每批检验。

6.2 间三氟甲基苯胺以同等质量的均匀产品为一批,槽罐产品以一槽车为一批。

6.3 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。

6.4 检验结果判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如果有任何一项指标不符合本标准要求时,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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 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“毒性物质”¹⁾。

7.1.2 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。

7.2 包装

间三氟甲基苯胺应放置在 GB/T 15098—2008 中 4.5 规定的 II 类包装中,常用 200 L 和 210 L 内涂钢桶。如有特殊要求,可按销售协议另行规定包装。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

7.3 运输

装卸运输过程中应轻装轻卸,避免直接曝晒。运输应符合铁路、公路对危险货物运输的有关规定。

7.4 贮存

间三氟甲基苯胺产品应贮存于阴凉、干燥、通风的仓库内,远离火种、热源、氧化剂。在贮运过程中防止撞击、雨淋和日光曝晒。



库七七 www.kqdw.com 提供下载

附 录 A
(规范性附录)

间三氟甲基苯胺含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 间三氟甲基苯胺含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。

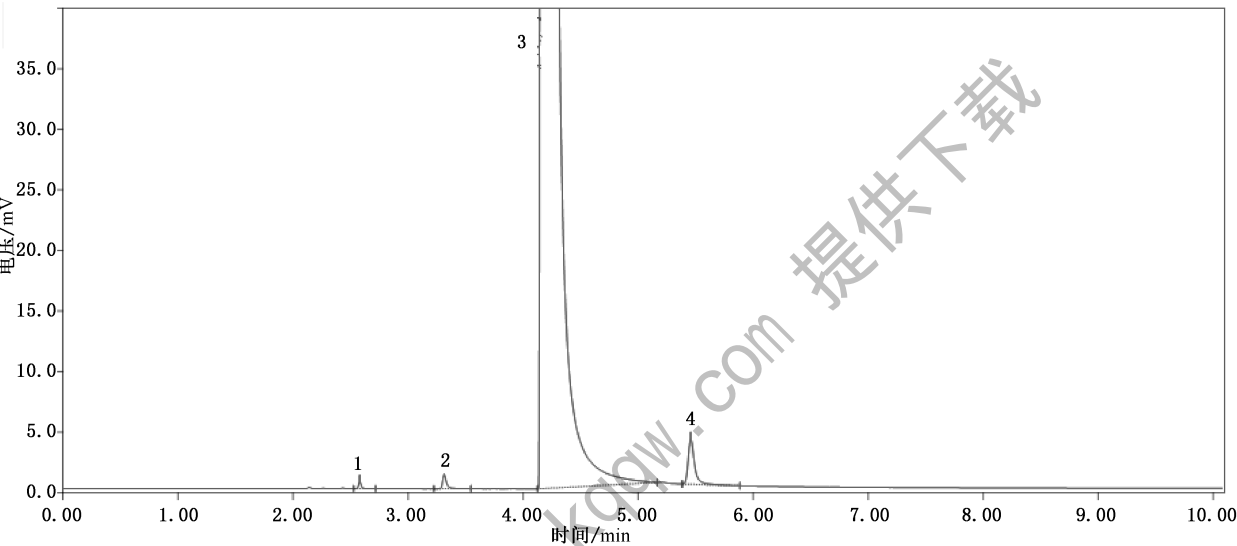


图 A.1 间三氟甲基苯胺含量测定的典型色谱图

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	未知杂质	0.664
2	邻三氟甲基苯胺	0.831
3	间三氟甲基苯胺	1.000
4	对三氟甲基苯胺	1.312

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

按 GB 6944 的规定,间三氟甲基苯胺为第 6.1 项毒性物质。间三氟甲基苯胺高浓度时对眼睛、皮肤、黏膜和上呼吸道有强烈刺激作用,接触后可引起烧灼感、咳嗽、喉炎、气短、头痛、恶心和呕吐,由于缺氧可引起紫绀。

B.2 安全措施

间三氟甲基苯胺分装和搬运作业注意个人防护,可能接触其蒸气时,佩戴或穿戴防毒口罩、化学安全防护眼镜、相应的防护服及防化学品手套。



参 考 文 献

- [1] GB 6944 危险货物分类和品名编号
-

库七七 www.k99w.com 提供下载

