

T/FSI 039-2019

ICS 71.080.70

G 17

团 体 标 准

T/ FSI 039-2019

二氟乙酸乙酯

Ethyl Difluoroacetate

2019-08-01 发布

2019-09-01 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：浙江巨化汉正新材料有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司。

本标准主要起草人：徐碧涛、段仲刚、陈敏剑、谢鹏、刘明生。

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。

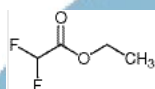
二氟乙酸乙酯

1 范围

本标准规定了二氟乙酸乙酯的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。本标准适用于以四氟乙烯为原料合成的二氟乙酸乙酯。

CAS 号：454-31-9

结构式：



相对分子质量：124.09（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 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 5009.18-2003 食品中氟的测定

GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法

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 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 14827-1993 有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法

3 要求

3.1 外观：无色透明液体。

3.2 二氟乙酸乙酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 二氟乙酸乙酯的技术要求

项 目	指标	
	优等品	一等品
二氟乙酸乙酯, $w/\%$ \geq	99.5	99.0
二氟乙酸甲酯, $w/\%$ \leq	0.30	0.50
水分, $w/\%$ \leq	0.10	0.10
总酸度(以硫酸计), $w/\%$ \leq	0.10	0.10
氢氟酸, $w/\%$ \leq	0.001	0.005

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 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、试剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按GB/T 601、GB/T 603的要求制备。

4.2 外观的测定

取50mL试样于100mL无色透明比色管中, 在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 二氟乙酸乙酯及二氟乙酸甲酯含量的测定

4.3.1 方法原理

试样汽化后通过色谱柱, 将各组分分离, 用氢火焰离子化检测器检测, 以面积归一化法计算各组分含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气: 体积分数大于 99.99%。

4.3.2.2 氢气: 体积分数大于 99.99%。

4.3.2.3 空气: 经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪: 配氢火焰离子化检测器, 性能符合 GB/T 9722 的规定。

4.3.3.2 色谱工作站。

4.3.3.3 进样装置: 1 μ L 进样针。

4.3.4 色谱柱及色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2, 典型色谱图见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱固定相	5%苯基-95%聚二甲基硅氧烷
色谱柱规格	长 60m×柱内径 0.53mm×膜厚 3μm
柱温/°C	50°C 保持 2min, 10°C/min 升至 250°C, 保持 2min
汽化室温度/°C	200
检测器温度/°C	250
载气 (N ₂) 流速/ (mL · min ⁻¹)	5.0
氢气流速/ (mL · min ⁻¹)	40
空气流速/ (mL · min ⁻¹)	400
分流比	50: 1
进样量/μL	0.2

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 样品测定

按照表 2 给出的色谱操作条件调整仪器, 基线稳定后, 用微量进样器吸取 0.2μL 试样进样分析, 测量各组分峰面积, 计算含量。

4.3.5.2 分析结果的表述

组分 i 的质量分数 w_i , 按式(1)计算:

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

式中:

A_i —— 组分 i 的峰面积数值;

$\sum A_i$ —— 试样中各组分峰面积之和的数值。

4.3.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 二氟乙酸乙酯两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%, 二氟乙酸甲酯两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 中第 8 章的规定进行, 其中样品取 3g 左右。

取两次测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.01%。

4.5 总酸度的测定

按 GB/T 14827—1993 中 3.2 的规定进行, 具体操作步骤及结果表述如下:

4.5.1 分析步骤

称取(1.5~2.0)g 样品(精确至 0.0002g)于 100mL 锥形瓶中,加入 50mL 无水乙醇溶解,滴加 3~5 滴溴甲酚绿-甲基红溶液作指示剂,以氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴至溶液黄色消失,刚开始出现绿色即为终点。整个滴定过程需在冰水浴中进行,控制溶液温度(0~10)℃。

4.5.2 分析结果的表述

二氟乙酸酯总酸度的质量分数 w_2 (以硫酸计),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{cVM}{2 \times m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——试样消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=98.078$)。

4.5.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.6 氢氟酸含量测定

按 GB/T 5009.18-2003 中第三法 氟离子选择电极法进行。

4.6.1 样品处理

称取约 5g 样品(精确至 0.0002g)于 50mL 容量瓶,加水定容,摇匀放置 10min。取上层清液 10.0mL 测定。

4.6.2 分析结果表述

氢氟酸的质量分数 w_3 ,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{A \times 50 \times 50 \times M_2}{10 \times m \times M_1 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A ——由校准曲线表中查得的氟离子浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——样品质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——氟离子的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=19$);

M_2 ——氟化氢的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=20.01$)。

4.6.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

5 检验规则

5.1 出厂检验

第 3 章规定的所有项目均为出厂检验项目,应逐批检验合格后方可出厂。

5.2 组批和抽样规则

以相同原料、相同工艺生产的质量均匀的产品为一批，其最大组批量不超过 50t。采样方法按 GB/T 6680-2003 中 7.1 的规定进行，采样总量不少于 200mL。分装于两个清洁、干燥的样品瓶中。瓶上应贴标签并注明：产品名称、批号、采样日期和采样人姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存备查。

5.3 判定规则

检验结果的判定按 GB/T 8170 中的修约值比较法进行。若检验结果有任何一项指标不符合本标准要求时，应重新自该批产品中取双倍采样单元数的样品进行复检，复检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、贮存

6.1 标志

二氟乙酸乙酯包装容器上应有牢固清晰的标志，标明生产厂家、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190 规定的“易燃”标志、GB/T 191 规定的“怕雨”和“怕晒”标志，并加贴危化品安全标签。

每批出厂产品均应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称、地址、产品名称、批号、净含量和本标准编号。

6.2 包装

二氟乙酸乙酯采用 200L 的 PP 或 PE 塑料容器密封包装，在包装过程中采用氮气保护，也可根据用户要求进行包装。

6.3 运输

二氟乙酸乙酯按危险化学品运输，运输和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。

6.4 贮存

二氟乙酸乙酯应贮存在阴凉、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。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。逾期可重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。

7 安全

7.1 安全警告

7.1.1 二氟乙酸乙酯属于易燃液体，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。与氧化剂接触剧烈反应。

7.1.2 二氟乙酸乙酯可造成严重皮肤灼伤和眼损伤，口服可引起消化道烧伤以致溃疡形成。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

a) 眼睛接触：立即提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少 15min。如有不适感，就医。

- b) 皮肤接触：立即脱去污染的衣着，用流动清水冲洗 15min。如有不适感，就医。
- c) 吸入：脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道畅通。如呼吸困难，给输氧。呼吸停止，立即进行心肺复苏。就医。
- d) 食入：用水漱口，给饮牛奶或蛋清。就医。

7.2.2 消防措施

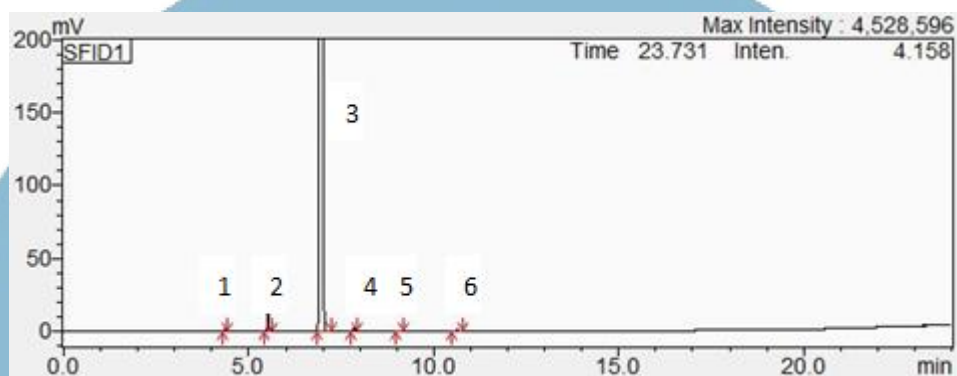
可用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、沙土灭火。



附录 A
(资料性附录)
二氟乙酸乙酯典型色谱图

A. 1 二氟乙酸乙酯及二氟乙酸甲酯含量测定的典型色谱图

二氟乙酸乙酯及二氟乙酸甲酯含量测定的典型色谱图见图 A. 1。



说明:

- 1——乙醇;
- 2——二氟乙酸甲酯;
- 3——二氟乙酸乙酯;
- 4,6——未知物;
- 5——三乙胺。

图 A. 1 二氟乙酸乙酯典型色谱图

A. 2 各组份的相对保留值

各组份的相对保留值见表A. 1

表A. 1 各组份的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	乙醇	0.63
2	二氟乙酸甲酯	0.79
3	二氟乙酸乙酯	1
4	未知物	1.13
5	三乙胺	1.28
6	未知物	1.52

中国氟硅有机材料工业协会

团 体 标 准

二氟乙酸乙酯

T/FSI 039-2019

中国氟硅有机材料工业协会

北京朝阳区北三环东路 19 号蓝星大厦 6 层

(100029)

网址: <http://www.sif.org.cn> 联系电话: (010) 64443598

邮箱: cafsi@sif.org.cn

开本: 880×1230 1/12 印张 0.5 字数: 3.4 千字

2019 年 7 月第一版 2019 年 7 月第一次印刷

氟硅协会内部发行, 供会员使用

如有印装差错 由氟硅协会调换

版权所有 侵权必究

举报电话: (010) 64443598