



团 体 标 准

T/ZZB XXXX—XXXX

三氟甲苯

Benzotrifluoride

XXXX — XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 实施

浙江省品牌建设联合会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 基本要求	1
4 技术要求	2
5 试验方法	2
6 检验规则	5
7 标志、包装、运输和贮存	5
8 质量承诺	6
附录 A（规范性附录） 三氟甲苯含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值	7
附录 B（资料性附录） 安 全	8

前 言

本标准依据GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准的某些内容可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由浙江省品牌建设联合会提出并归口管理。

本标准由浙江蓝箭万帮标准技术有限公司牵头组织制定。

本标准主要起草单位：浙江康峰化工有限公司。

本标准参与起草单位：XXX。

本标准主要起草人：XXX。

本标准评审专家组长：XXX。

三氟甲苯

1 范围

本标准规定了三氟甲苯的基本要求、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全、质量承诺。

本标准适用于以三氯甲苯、无水氟化氢为原料，经氟化、精制等工序制得的三氟甲苯。

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 6944 危险货物分类和品名编号

GB/T 7746 工业无水氟化氢

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

HG/T 5278—2017 对氯三氟甲苯

3 基本要求

3.1 设计研发

3.1.1 应具备氟化反应的工艺设计能力。

3.1.2 应具备三氟甲苯粗品提纯工艺的关键指标控制能力。

3.1.3 应具备尾气净化处理及循环利用的能力。

3.2 原材料

3.2.1 三氯甲苯

三氯甲苯的技术要求应符合表 1 的要求。

表1 三氟甲苯的技术要求

项目	指标
色度, Hazen \leq	20
含量, w/% \geq	99.5
水分, mg/kg \leq	500

3.1.2 无水氟化氢

应符合GB 7746要求。

3.2 工艺装备

3.2.1 应采用连续氟化生产工艺。

3.2.2 应具备自动化集散控制系统（DCS）和安全仪表系统（SIS），以及先进过程控制系统（APC）。

3.2.3 应具备尾气净化处理及循环利用系统。

3.3 检验检测

3.3.1 应具备原料三氟甲苯、无水氟化氢的检测能力。

3.3.2 应具备三氟甲苯表2项目的检测能力。

4 技术要求

4.1 外观：无色透明液体，无肉眼可见杂质。

4.2 三氟甲苯应符合表2的规定。

表2 技术要求

项目	指标
三氟甲苯的质量分数, w/% \geq	99.80
对氯三氟甲苯的质量分数, w/% \leq	0.10
二氟甲苯的质量分数的质量分数, w/% \leq	0.10
氟离子 (F ⁻) / (mg/L) \leq	10.0
水分, w/% \leq	0.05

5 试验方法

5.1 一般规定

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，在没有注明其它要求时，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定制备。

5.2 外观的测定

按HG/T 5278—2017中4.2规定的方法进行测定。

5.3 三氟甲苯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3。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3 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	30m×0.25mm×0.25 μ m
汽化室温度/℃	180
检测器温度/℃	180
柱箱温度/℃	90
载气（氮气）流量/(mL/min)	0.8 精度问题?
空气流量/(mL/min)	300?
氢气流量/(mL/min)	30?
分流比	20:1
进样量/μL	0.3

5.3.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表 3 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

三氟甲苯及其杂质的质量分数 ω_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测得的试样中水分。

取两次平行测定结果的算术平均值报告结果，三氟甲苯两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.01%；对氯三氟甲苯和二氟甲苯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 方法原理

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、58.0 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 之间，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 1000 mL 容量瓶中（偏差 10 倍，确认？），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（相当于配成 1 mg/L，质量换算清楚），加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液 (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（精确度存在问题，如何操作？）

用移液管移取1 mL三氟甲苯试样置于预先盛有5 mL水的50 mL容量瓶中，加入10 mL总离子强度调节缓冲溶液（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

按HG/T 5278—2017中4.6规定的方法进行测定。（如果下面表述正确则直接引用行标并删除后面三条，如果绝对差值不准确则修改数值后用下述表述）

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。

5.5.2 按 GB/T 6283 中“直接电量滴定法”的规定进行测定。

5.5.3 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0.01%。（实际值放宽20%，放最后一行）

6 检验规则

6.1 组批：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。

6.2 检验分类：产品检验分出厂检验和型式检验。

6.3 出厂检验：外观、三氟甲苯含量、对氯三氟甲苯含量、二氟甲苯含量、氟离子含量、水分作为出厂检验项目。

6.4 型式检验：第4章节所有指标项目均为型式检验项目，在正常情况下，每年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。

6.5 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。

6.6 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、贮存和安全

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“易燃液体”标志。

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) 执行标准号。

7.2 包装

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内涂钢桶中，常用200L和210L。如有特殊要求，可按销售协议另行规定包装。

7.3 运输

装有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、海运对危险货物运输的有关规定。

7.4 贮存

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，贮存期为一年；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。

7.5 安全

7.5.1 按 GB 13690 的规定，三氟甲苯属于易燃液体，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。

7.5.2 接触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。

8 质量承诺

8.1 生产商应对产品建立追溯体系，确保最终产品可追溯。生产商应对出厂的每批产品留样，留样期限为 12 个月。

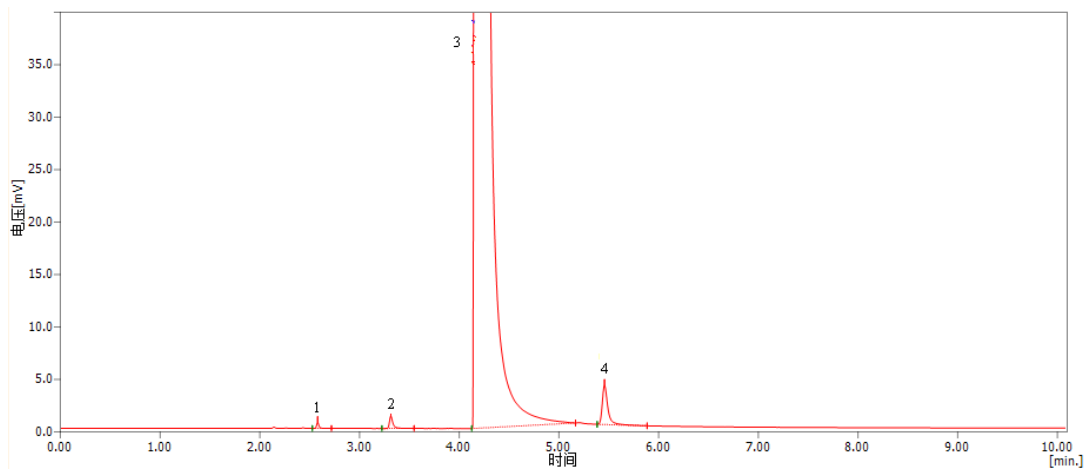
8.2 在规定的包装、运输及贮存条件下，产品自销售之日起 12 个月内，由于产品自身质量问题，生产商承诺免费更换或采用满足客户要求处理方案。

8.3 客户对产品质量有异议时，生产商应在 24 小时内作出响应，及时为客户提供解决方案。

附 录 A（规范性附录）
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 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——二氟甲苯；
- 2——对氯三氟甲苯；
- 3——三氟甲苯；
- 4——氟离子。

图A.1 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

时间	组分名称	相对保留值
1.798	三氟甲苯	99.92
2.798	对氯三氟甲苯	0.01
3.257	二氟	0.01
	其它杂质	0.04

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

按GB 6944的规定，三氟甲苯为第6.1类 毒害品。三氟甲苯高浓度时对眼睛、皮肤、粘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

三氟甲苯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。
