

T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

工业用全氟己基碘、全氟己基乙基碘

Perfluorohexyl iodine, perfluorohexyl ethyl iodine for industrial use

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件版权归中国石油和化学工业联合会。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化委员会解释。

本文件为首次制定。

征求意见稿

工业用全氟己基碘、全氟己基乙基碘

1 范围

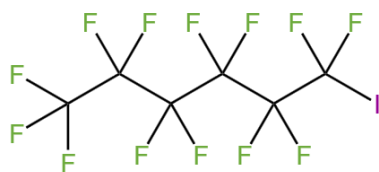
本文件规定了工业用全氟己基碘、全氟己基乙基碘的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以五氟碘乙烷、四氟乙烯为原料制得的全氟己基碘，和以全氟己基碘和乙烯为原料制得的全氟己基乙基碘。

该系列产品主要应用于纺织、医药、涂料及含氟表面活性剂领域。

全氟己基碘分子式： $C_6F_{13}I$ 。

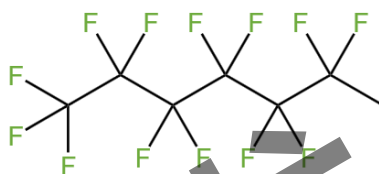
全氟己基碘结构式：



全氟己基碘相对分子质量：445.95（按2022年国际相对原子质量）。

全氟己基乙基碘分子式： $C_8H_4F_{13}I$ 。

全氟己基乙基碘结构式：



全氟己基乙基碘相对分子质量：474.00（按2022年国际相对原子质量）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

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 15603 危险化学品仓库储存通则

HJ 1147 水质 pH值的测定 电极法

JJ F1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用全氟己基碘应符合表1的技术要求，工业用全氟己基乙基碘应符合表2的技术要求。

表1 工业用全氟己基碘技术要求

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
外观	无色或浅粉色液体		
全氟己基碘, w/%	≥99.80	≥99.50	≥99.00
全氟丁基碘, w/%	≤0.10	≤0.20	≤0.50
全氟辛基碘, mg/kg	≤0.025	≤0.05	≤0.10

表2 工业用全氟己基乙基碘技术要求

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
外观	无色或浅粉色液体		
全氟己基乙基碘, w/%	≥99.00	≥98.50	≥98.00
全氟己基碘, w/%	≤0.20	≤0.50	≤1.00
全氟辛基乙基碘, mg/kg	≤0.025	≤0.05	≤0.10
水分, w/%	≤0.10		
pH值	6~7		

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GB/T 6682规定的三级水。分析所用标准溶液、制剂及制品均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

5.2 外观的测定

取适量样品于洁净的比色管中，在自然光或日光灯下径向观察。

5.3 全氟己基碘、全氟己基乙基碘、全氟丁基碘、全氟辛基碘、全氟辛基乙基碘的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，试样经气化通过色谱柱，使其中的各组分分离，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，峰面积归一化法定量。

5.3.2 试剂

氮气：体积分数≥99.99%。

氢气：体积分数≥99.99%。

空气：经干燥、净化。

5.3.3 仪器

气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID），整机灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722的规定。

记录仪：色谱工作站或色谱数据处理机。

进样器：1μL。

5.3.4 色谱条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表3，典型色谱图和相对保留值见附录A，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3 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项目	参数
固定相	100%聚二甲基硅氧烷
柱长×柱内径×膜厚	30m×0.53mm×1.50μm
柱温	初始温度40℃，保持时间1min，以10℃/min升温至110℃，再以20℃/min升温至180℃，保持1min，最后以30℃/min升温至250℃，保持3min
检测器温度/℃	250
汽化室温度/℃	250
进样量/μL	0.2
总流量/(mL/min)	61.6
氢气流量/(mL/min)	35
空气流量/(mL/min)	350
分流比	40:1

5.3.5 试验步骤

开启色谱仪，按表3所列色谱操作条件调整仪器，待仪器稳定后，用进样器取0.2μL样品，注入色谱仪。

5.3.6 结果计算

全氟己基碘、全氟己基乙基碘、全氟丁基碘、全氟辛基碘、全氟辛基乙基碘的质量分数 w_i ，按照公式(1)计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_0) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——组分i的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和；

w_0 ——试样中的水分含量（质量分数），%。

取连续两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。全氟己基碘、全氟己基乙基碘测定结果保留小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.20%；其他各组分测定结果保留小数点后五位，两次平行测定结果绝对差值不大于0.00005%。

5.4 水分的测定

按照GB/T 6283规定的电量滴定法进行测定。

5.5 pH值的测定

5.5.1 方法一：用水萃取样品中的酸，按照体积比 1:1 进行萃取。用玻璃棒蘸取上层水相，滴在广泛pH试纸上，对照标准比色卡，读取待测溶液的pH值。

5.5.2 方法二：按照 HJ 1147 规定的方法测定。用水萃取样品中的酸，按照体积比 1:1 进行萃取，分液漏斗分液，取上层水相备测。此方法为仲裁法。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件表1、表2中所有项目为出厂检验项目。出厂检验应逐批检验。

6.2 组批

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的产品为一检验组批，当日同一成品包装可视为一批，最大组批量不超过6t。

6.3 取样

按照 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行取样。取样量不少于 200mL，分别装于两个 100mL 洁净干燥的磨口小口试剂瓶或聚乙烯瓶中，密封，粘贴标签，注明产品名称、取样日期、批号、取样人姓名等。一份用于检验，一份保存备查。

6.4 判定规则

检验结果的判定按GB/T 8170中的修约值比较法的规定进行。所有检验结果符合本文件表1、表2要求时，则该批产品合格。当检验结果有任何项目指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样复检，复检结果如仍有项目指标不符合本文件要求，则判该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

本产品标志应符合GB/T 191中的相关规定。

本产品的包装桶上应有清晰牢固的标志，包含产品名称、生产厂名称、生产厂地址、产品批号、生产日期、净重、保质期、本标准编号。

7.2 包装

按照JJ F1070的规定进行。

本产品采用双层包装，内层为聚乙烯塑料桶，外层为铁皮桶。包装规格一般为25kg、50kg、250kg。也可在符合安全规定下按客户要求包装。

7.3 运输

本产品在运输过程中应防止包装及容器破损，防止严禁撞击、拖拉、摔落和直接暴晒。

7.4 贮存

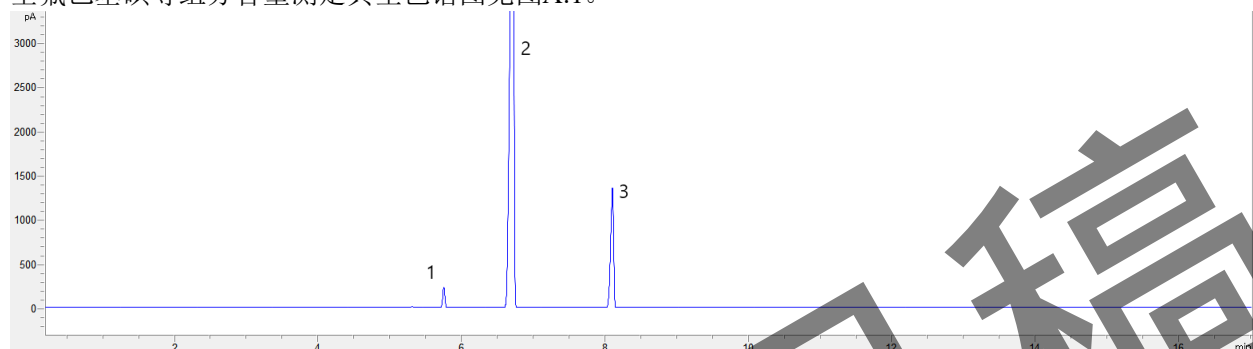
本产品贮存应符合GB 15603的规定，贮存于阴凉干燥的库房，远离火源，严禁暴晒雨淋。本产品自生产之日起贮存期为24个月。

附录 A
(规范性)

全氟己基碘等组分含量测定的典型色谱图及保留时间

A.1 全氟己基碘等组分含量测定典型色谱图

全氟己基碘等组分含量测定典型色谱图见图A.1。



标引序号说明：

- 1——全氟丁基碘；
2——全氟己基碘；
3——全氟辛基碘。

图A.1 全氟己基碘等组分含量测定的典型色谱图

A.2 全氟己基碘等组分保留时间

全氟己基碘等组分保留时间见表A.1。

表A.1 全氟己基碘等组分保留时间

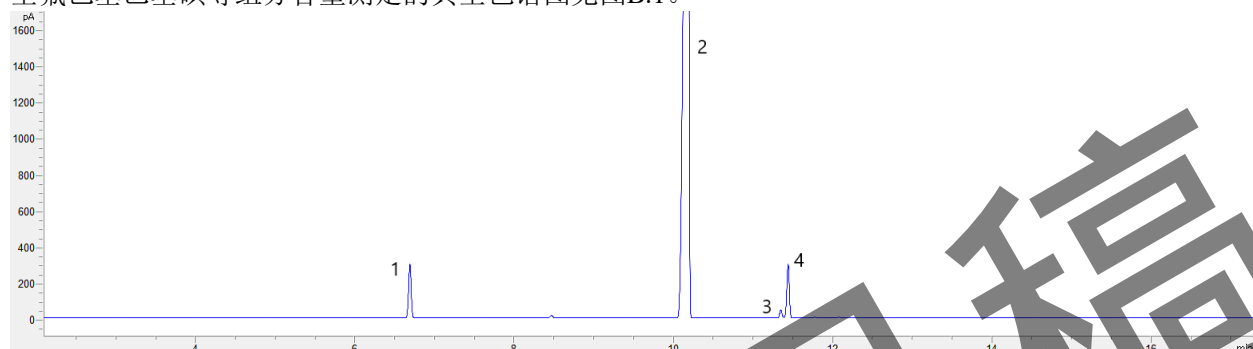
峰号	组分名称	保留时间/min
1	全氟丁基碘	5.761
2	全氟己基碘	6.723
3	全氟辛基碘	8.113

附录 B
(规范性)

全氟己基乙基碘等组分含量测定的典型色谱图及保留时间

B.1 全氟己基乙基碘等组分含量测定的典型色谱图

全氟己基乙基碘等组分含量测定的典型色谱图见图B.1。



标引序号说明:

- 1——全氟己基碘;
- 2——全氟己基乙基碘;
- 3——未知峰;
- 4——全氟辛基乙基碘。

图B.1 全氟己基乙基碘等组分含量测定的典型色谱

B.2 全氟己基乙基碘等组分保留时间

全氟己基乙基碘等组分保留时间见表B.1。

表B.1 全氟己基乙基碘等组分保留时间

峰号	组分名称	保留时间/min
1	全氟己基碘	6.698
2	全氟己基乙基碘	10.175
3	未知杂质	11.347
4	全氟辛基乙基碘	11.438

附录 C

(资料性)

全氟己基碘、全氟己基乙基碘安全信息

C.1 危险性说明

本产品不属于危险化学品，可造成皮肤刺激、眼刺激和呼吸道刺激。

C.2 预防措施

避免吸入粉尘、烟、气体、烟雾、蒸气、喷雾。

在室外或通风良好场所使用。

穿戴防护手套、眼保护罩、面部保护罩。

操作后彻底清洁皮肤。

C.3 急救措施

吸入：将患者移到新鲜空气处，保持呼吸道通畅。

皮肤接触：用肥皂和大量的水冲洗。

眼睛接触：用水冲洗眼睛。如戴隐形眼镜并可方便地取出，则取出隐形眼镜，继续冲洗。

误服：用水漱口。切勿给患者喂任何东西。

如感觉不适，呼叫中毒控制中心或医生。

征求意见稿