

T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

乙基全氟异丁基醚

Ethyl perfluoroisobutyl ether

(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

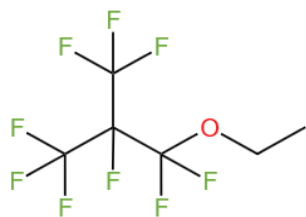
乙基全氟异丁基醚

1 范围

本文件规定了乙基全氟异丁基醚的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。
本文件适用于由全氟异丁酰氟和乙醇为原料制得的乙基全氟异丁基醚。

分子式：C₅H₃F₉O。

结构式：



相对分子质量：264.09（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 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 7376 工业用氟代烷烃中微量水分的测定
- GB/T 7484 水质 氟化物的测定 离子选择电极法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

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

乙基全氟异丁基醚的技术指标应符合表1的规定。

表1 技术指标

项目	指标
外观	无色透明液体
乙基全氟异丁基醚, w/%	≥99.5
水分, w/%	≤0.005
酸值, mgKOH/g	≤0.01
氟离子（以F ⁻ 计）, w/%	≤0.001
蒸发残留, w/%	≤0.0005

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。分析所用的标准滴定溶液、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25mL样品于50mL洁净的比色管中，在自然光或日光灯下径向观察。

5.3 乙基全氟异丁基醚含量的测定

5.3.1 气相色谱 FID 法

5.3.1.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱条件下，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进行检测，用面积归一化法定量。此方法为仲裁法。

5.3.1.2 试剂

高纯氢气：体积分数 $\geq 99.999\%$ ；

高纯氦气：体积分数 $\geq 99.999\%$ ；

空气：净化空气。

5.3.1.3 仪器

气相色谱仪：配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；

微量进样器：10 μL 。

5.3.1.4 色谱条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表2，典型色谱图和保留时间见附录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2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

条件	参数
固定相	(6%-氰丙基-苯基) 甲基聚硅氧烷
柱长 \times 内径 \times 膜厚	60m \times 0.32mm \times 1 μm
柱温	40 $^{\circ}\text{C}$ 保持5min，以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到100 $^{\circ}\text{C}$ 保持1min，再以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到200 $^{\circ}\text{C}$ 保持5min
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	150
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
分流比	90:1
载气流量/(mL \cdot min $^{-1}$)	2
氢气流量/(mL \cdot min $^{-1}$)	30
空气流量/(mL \cdot min $^{-1}$)	300
进样量/ μL	1

5.3.2 气相色谱 TCD 法

5.3.2.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的色谱条件下，试样经气化通过色谱柱，使其中的各组分分离，用热导检测器进行检测，用面积归一化法定量。

5.3.2.2 试剂

氢气（载气）：体积分数 $\geq 99.999\%$ 。

5.3.2.3 仪器

气相色谱仪：配热导检测器（TCD），整机灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722的规定；
进样器：10 μL 。

5.3.2.4 色谱条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表3，典型色谱图和保留时间见附录B，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

条件	参数
色谱柱	6.1m \times 2.0mm（柱长 \times 内径）
固定液	20%甲基聚硅氧烷
担体	Chromosorb PAW（硅藻土载体）
粒度/目	60~80
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	270
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	300
柱温	温度40 $^{\circ}\text{C}$ ，保持1min，以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至260 $^{\circ}\text{C}$ ，保持2min
进样量/ μL	1
载气流量/ $(\text{mL}\cdot\text{min}^{-1})$	25

5.3.3 试验步骤

将样品过滤后置于样品瓶中，按表2或表3所列色谱操作条件设置色谱仪，待仪器稳定后，用微量进样器（或自动进样器）注入样品。记录样品中各组分的峰面积，用面积归一化法进行计算。

5.3.4 结果计算

乙基全氟异丁基醚的质量分数 w_1 ，按式（1）计算。

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

A_1 ——乙基全氟异丁基醚的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

取连续两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，保留至小数点后两位。连续两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.10%。

5.4 水分的测定

按GB/T 7376中的卡尔·费休库仑法进行测定。

5.5 酸值的测定

5.5.1 试验步骤

取100mL水（二级水）于250mL烧杯中，使用电位滴定仪进行滴定，用0.010mol/L氢氧化钾标准滴定溶液滴定至pH=7.6。然后，将该中和后的水注入250mL分液漏斗中，并称入20g（精确至0.01g）左右样品，震荡3min，静置分层。分离出50mL水相，用0.010mol/L氢氧化钾标准滴定溶液滴定至pH=7.6。记录消耗的氢氧化钾标准溶液的体积 V_1 。

5.5.2 结果计算

样品的酸值 w_{KOH} ，用mgKOH/g表示，按式（2）计算：

$$w_{\text{KOH}} = \frac{2V_1 \times c \times 56.1}{m} \quad (2)$$

式中：

c ——氢氧化钾标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；

V_1 ——滴定试样消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积，mL；

m ——样品的质量，g。

取连续两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，保留至小数点后三位。连续两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.005%。

5.6 氟离子（以F⁻计）的检测

取100mL水（二级水），加入20g左右样品（精确至0.01g），在250mL分液漏斗中振摇萃取5min，静置分层，分离出50mL水相，然后按GB/T 7484的规定进行测定。该测定须在萃取完成后的15min内完成。

取连续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不得大于0.0001%。

5.7 蒸发残留的测定

5.7.1 仪器

烘箱：室温至300℃的控温范围，控温精度1℃；

玻璃蒸发皿：100mL。

5.7.2 试验步骤

将蒸发皿置于105℃电热鼓风烘箱内加热30min，在干燥器内冷却30min，称量为 m_1 。加入50mL样品，称量为 m_2 。放在40℃的水浴锅上蒸发至干，再转入预先已恒温至105℃的烘箱内加热30min，取出，置于干燥器内冷却30min，称量，并记录数据。重复上述操作，直至质量恒定，即相邻两次称量的差值不超过0.0002g，将恒重后的质量记为 m_3 。上述称量均精确至0.0001g。

5.7.3 结果计算

蒸发残留物的质量分数 w_2 ，按照公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

m_1 ——空蒸发皿的质量，g；

m_2 ——蒸发皿和样品的总质量，g；

m_3 ——蒸发皿和残留物的总质量，g。

取连续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不得大于0.00001%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件表1中所有项目为出厂检验项目。出厂检验项目应逐批检验。

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，其最大组批量不超过1000kg。

6.3 取样

按GB/T 6678、GB/T 6680的规定进行，取样量不少于1000g，分装成两份，粘贴标签，注明产品名称、批号、取样日期、取样人姓名。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要求，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的要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检，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

乙基全氟异丁基醚的包装容器上应附有“干燥、防潮”的标志，标志应符合GB/T 191的规定。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：产品名称、生产厂名称、生产日期、批号、地址、电话号码、型号、净重、保质期和本文件编号。

7.2 包装

乙基全氟异丁基醚应装在高密度聚乙烯或聚丙烯等材质的塑料桶中，也可在符合安全规定下按客户要求包装。

7.3 运输

运输、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，应按照货物运输规定进行。

7.4 贮存

乙基全氟异丁基醚应贮存于清洁、通风、干燥、阴凉的库房。本产品自生产之日起，贮存期为两年。

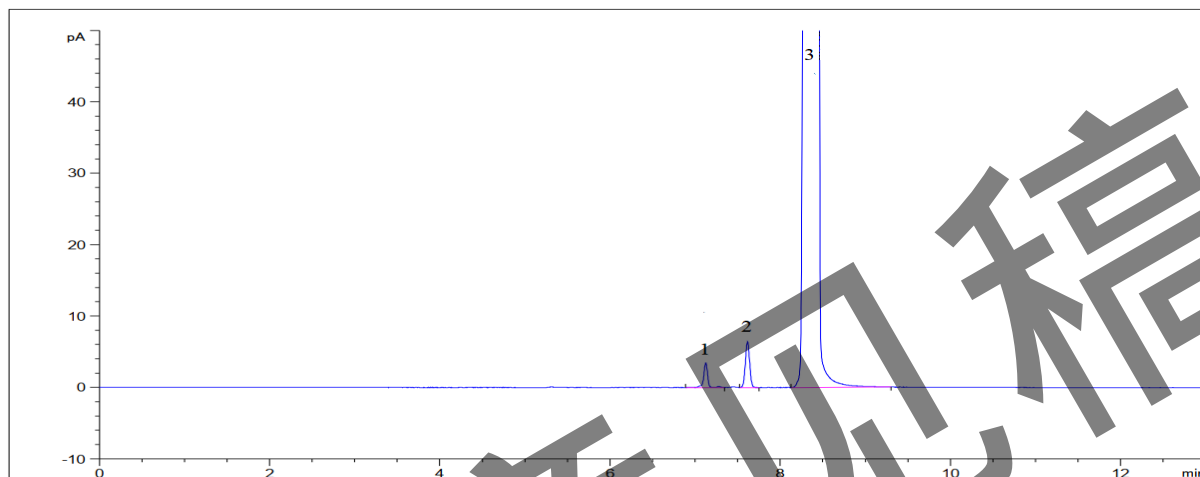
征求意见稿

附录 A
(规范性)

乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图及保留时间 (气相色谱FID法)

A.1 乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图 (气相色谱 FID 法)

乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图 (气相色谱FID法) 见图A.1。



标引序号说明:

1——未知杂质;

2——未知杂质;

3——乙基全氟异丁基醚。

图 A.1 乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图 (气相色谱 FID 法)

A.2 各组分保留时间 (气相色谱 FID 法)

各组分保留时间 (气相色谱FID法) 见表A.1。

表A.1 各组分保留时间 (气相色谱FID法)

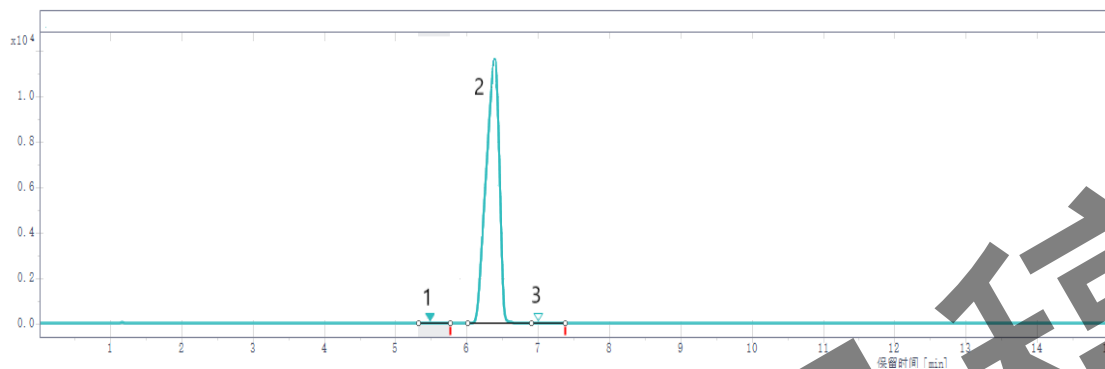
峰号	组分名称	保留时间/min
1	未知杂质	7.13
2	未知杂质	7.62
3	乙基全氟异丁基醚	8.46

附录 B
(规范性)

乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图及保留时间 (气相色谱 TCD 法)

B.1 乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图 (气相色谱 TCD 法)

乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图 (气相色谱 TCD 法) 见图 B.1。



标引序号说明:

- 1——未知峰;
2——乙基全氟异丁基醚;
3——未知峰。

图 B.1 乙基全氟异丁基醚含量测定的典型色谱图 (气相色谱 TCD 法)

B.2 各组分保留时间 (气相色谱 TCD 法)

各组分保留时间 (气相色谱 TCD 法) 见表 B.1。

表 B.1 各组分保留时间 (气相色谱 TCD 法)

峰号	组分名称	保留时间/min
1	未知杂质	5.481
2	乙基全氟异丁基醚	6.379
3	未知杂质	6.992

附录 C
(资料性)
乙基全氟异丁基醚的安全信息

C.1 基本信息

C.1.1 物质名称

中文名称：乙基全氟异丁基醚
英文名称：Ethyl perfluoroisobutyl ether

C.1.2 理化特性

无色透明液体，密度1.441g/cm³，沸点76°C，折射率1.287，不溶于水。

C.2 危险性说明

造成严重眼刺激。可降解，对环境可能有危害。

C.3 预防措施

作业后彻底清洗。
戴防护手套、穿防护服、戴防护眼罩、戴防护面具。

C.4 急救措施

吸入：如果吸入，请将患者移到新鲜空气处。
皮肤接触：脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。如有不适感，就医。
眼睛接触：用流动清水或生理盐水冲洗。如戴隐形眼镜并可方便地取出，取出隐形眼镜。继续冲洗。
如仍觉眼刺激，立即就医。
食入：漱口，禁止催吐。立即就医。