

T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯

Ethyl 4,4-difluoro-3-oxobutyrates

(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这些专利的责任。

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。

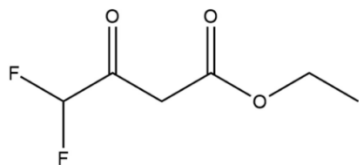
本文件为首次制定。

征求意见稿

4, 4-二氟乙酰乙酸乙酯

1 范围

本文件规定了4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。
本文件适用于以二氟乙酸乙酯为原料，与乙酸乙酯、乙醇钠等反应所制得的4,4-二氟乙酰乙酸乙酯。
分子式：C₆H₈F₂O₃。
结构式：



相对分子质量：166.12（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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- 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 7376-2008 工业用氟代烃中微量水分的测定
- 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 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB 15258 化学品安全标签编写规定

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

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的技术指标应符合表1的规定。

表1 技术指标

项目	指标	
	优等品	一等品
外观	无色或淡黄色透明液体	
4,4-二氟乙酰乙酸乙酯，w/%	≥98.0	≥95.0

表1 技术指标（续）

项目	指标	
	优等品	一等品
乙酰乙酸乙酯，w/%	≤0.2	≤1.0
水分，w/%	≤0.2	≤1.0

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。分析所用的制剂及制品按GB/T 603的规定制备。

5.2 外观的测定

取25mL样品于50mL洁净的无色透明比色管中，在自然光或日光灯下径向观察。

5.3 4, 4-二氟乙酰乙酸乙酯、乙酰乙酸乙酯含量的测定

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。

5.3.2 试剂

高纯氢气：体积分数≥99.999%；
高纯氮气：体积分数≥99.999%；
空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.3.3 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：1μL。

5.3.4 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
色谱柱（柱长×内径×膜厚）	30m×0.320mm×0.25μm
固定相	HP-INNOWax 聚乙二醇
汽化室温度/℃	200
检测器温度/℃	260
柱箱温度	50℃保持3min，以10℃/min升到250℃，保持1min
进样量/μL	1
载气流量/(mL/min)	2
氢气流量/(mL/min)	40
空气流量/(mL/min)	400
分流比	50:1

5.3.5 试验步骤

将样品置于样品瓶中，按表2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。

5.3.6 结果计算

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯、乙酰乙酸乙酯的质量分数 w_i ，按式（1）计算。

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

式中：

A_i ——待测组分的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。连续两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.4 水分的测定

按照GB/T 7376-2008中5.2的规定进行。

取两次测定结果的算术平均值为测定结果。连续两次平行测定结果的绝对差值不得大于0.01%。

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、相同工艺生产的质量均匀的产品为一个检验组批，最大组批量不超过50t。

6.3 取样

按GB/T 6678和GB/T 6680规定进行，所采样品总量不得少于200mL。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥的样品瓶中，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

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯产品包装容器上应有牢固清晰的标志，包括：产品名称及商标、生产厂家、厂址、净含量、GB 190规定的“易燃”标志、GB/T 191规定的“怕雨”“怕晒”标志及符合GB 15258规定的安全标签等。

每批出厂产品均应附有一定格式的质量证明书，包括：产品名称、产品等级、净含量、生产厂名、批号或生产日期、本标准编号等。

7.2 包装

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯应装在洁净的高密度聚乙烯塑料容器中，在包装过程中采用氮气保护，也可在符合安全规定下按客户要求要求进行包装。

7.3 运输

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯按GB 12463的规定进行运输。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。

7.4 贮存

4.4. 二氟乙酰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。在符合本文件包装、运输、贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为一年。

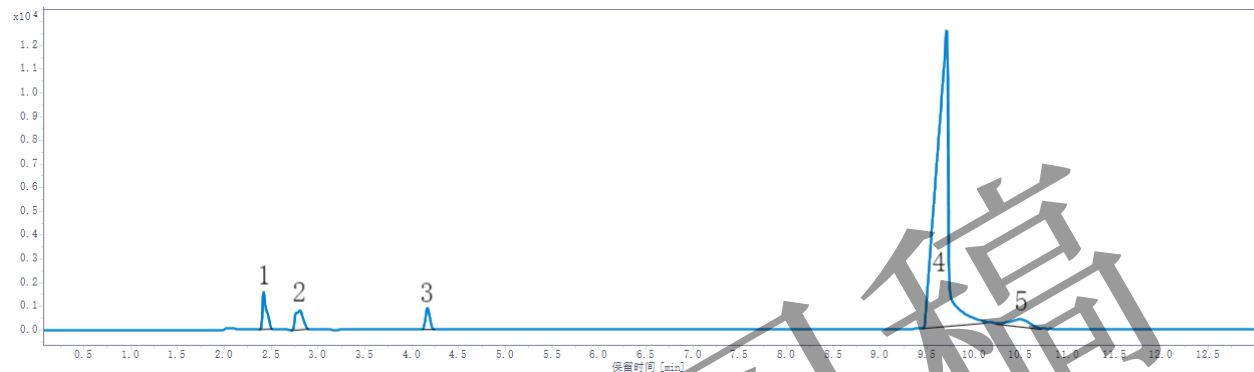
征求意见稿

附 录 A
(规范性)

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯、乙酰乙酸乙酯含量测定的典型色谱图及保留时间

A. 1 4, 4-二氟乙酰乙酸乙酯、乙酰乙酸乙酯含量测定的典型色谱图

4,4-二氟乙酰乙酸乙酯、乙酰乙酸乙酯含量测定的典型色谱图见A.1



标序号说明：

- 1——乙酸乙酯；
- 2——乙醇；
- 3——二氟乙酸乙酯；
- 4——4,4-二氟乙酰乙酸乙酯；
- 5——乙酰乙酸乙酯。

图A. 1 4, 4-二氟乙酰乙酸乙酯、乙酰乙酸乙酯含量测定的典型色谱图

A. 2 各组分的保留时间

各组分的保留时间见表A.1

表A. 1 各组分的保留时间

峰号	组分名称	保留时间/min
1	乙酸乙酯	2.43
2	乙醇	2.82
3	二氟乙酸乙酯	4.17
4	4,4-二氟乙酰乙酸乙酯	9.70
5	乙酰乙酸乙酯	10.49

附 录 B
(资料性)
4,4-二氟乙酰乙酸乙酯的安全信息

B.1 基本信息

B.1.1 物质名称

中文名称：4,4-二氟乙酰乙酸乙酯

英文名称：Ethyl 4,4-difluoroacetoacetate

B.1.2 理化特性

无色透明液体，熔点-46℃，密度1.61g/cm³，沸点162℃，折射率1.407，闪点68℃。

B.2 危险性说明

易燃液体和蒸气，造成皮肤刺激，造成严重眼刺激。

B.3 预防措施

- a) 远离明火和热表面，禁止吸烟；
- b) 作业后彻底清洗；
- c) 戴防护手套/穿防护服/戴防护眼罩/戴防护面具。

B.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：分开眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。立即就医。

食入：漱口，禁止催吐。立即就医。

B.5 消防措施

B.5.1 灭火剂

用水雾、干粉、泡沫或二氧化碳灭火剂灭火。避免使用直流水灭火，直流水可能导致可燃性液体的飞溅，使火势扩散。

B.5.2 灭火注意事项及防护措施

- a) 消防人员须佩戴携气式呼吸器，穿全身消防服，在上风向灭火；
 - b) 尽可能将容器从火场移至空旷处；
 - c) 处在火场中的容器若已变色或从安全泄压装置中发出声音，必须马上撤离；
 - d) 隔离事故现场，禁止无关人员进入；
 - e) 收容和处理消防水，防止污染环境。
-