|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 17.080 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png CHBAS |   L 85 |

河北省标准化协会团体标准

T/CHBAS XXXX—2021

三氟甲磺酸中杂质的检测

Detection of impurities in trifluoromethanesulfonic acid

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

河北省标准化协会  发布

目次

[前言 II](#_Toc75788608)

[1 范围 1](#_Toc75788609)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc75788610)

[3 术语和定义 1](#_Toc75788611)

[4 技术要求 1](#_Toc75788612)

[5 警示 1](#_Toc75788613)

[6 一般规定 1](#_Toc75788614)

[7 三氟甲磺酸含量的测定 2](#_Toc75788615)

[8 硫酸根含量的测定 2](#_Toc75788616)

[9 氟含量的测定 4](#_Toc75788617)

[10 水分含量的测定 4](#_Toc75788618)

[参考文献 6](#_Toc75788619)

1. 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。

本文件由河北省标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：中船重工（邯郸）派瑞特种气体有限公司。

本文件主要起草人：李柄缘、张艳志、袁瑞玲、李林、苏子杰。

三氟甲磺酸中杂质的检测

* 1. 范围

本文件规定了有机强酸—99.5 %三氟甲磺酸的检测方法，包括99.5 %三氟甲磺酸的试验方法、检验规则及测定结果处理。

本文件适用于99.5 %的三氟甲磺酸的测定。

* 1. 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 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 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

* 1. 术语和定义

“本文件没有需要界定的术语和定义。”

* 1. 技术要求
     1. 外观

无色或微黄透明液体。

* + 1. 三氟甲磺酸的质量应符合表1的要求。

表1 三氟甲磺酸的质量指标要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目名称 | 指标 | |
| 二级品 | 一级品 |
| 三氟甲磺酸纯度，10-2 ≥ | 99.5 | 99.5 |
| 硫酸根含量，10-6 ≤ | 300 | 50 |
| 氟化物含量，10-6 ≤ | 50 | 10 |
| 水分含量,10-6 ≤ | 2000 | 500 |
| 1. 表中的纯度和含量均系质量分数。 | | |

* 1. 警示

三氟甲磺酸具有腐蚀性，操作者须谨慎小心！如溅到皮肤上应使用干布擦去，用大量碱液或水冲洗，并送医治疗。

* 1. 一般规定

本标准试验所用标准滴定溶液和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008规定的一级水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时均按GB/T 601、GB/T 603之规定制备。

* 1. 三氟甲磺酸含量的测定
     1. 原理

三氟甲磺酸易溶于水，将适量的三氟甲磺酸溶于水中，然后用氢氧化钠标准溶液进行滴定，从消耗的氢氧化钠标准溶液体积来推算三氟甲磺酸的含量。

* + 1. 仪器

采用50 ml的碱式滴定管。

* + 1. 测定条件

按GB/T 6680-2003规定的取样方法进行取样，GB/T 602-2002规定的方法配制氢氧化钠标准滴定溶液。测定推荐条件如下：

1. 取样量：约1.5 ml；
2. 氢氧化钠标准滴定溶液浓度：0.5 mol/L（以实际标定数为准）；
3. 指示剂：10 g/L酚酞指示剂。
   * 1. 测定步骤
4. 用量筒量取30 ml高纯水并加入250 mL玻璃锥形瓶中，将具塞的锥形瓶擦拭干净，称重，记为m0；
5. 取1.5 mL三氟甲磺酸样品加入到锥形瓶中，盖紧，摇匀，待瓶温降至室温，当雾状物消失后，再次称重，记为m1，摇匀；
6. 加2~3滴酚酞指示剂，用0.5 mol/L（以实际标定数为准）NaOH标准溶液滴定至溶液恰由无色变为粉色，且30 s内不变色，则记为终点，记录消耗NaOH标准溶液的体积为V，同时做空白实验，并记录消耗NaOH标准溶液的体积，记为V0。（平行滴定两次，取平均值，两次滴定误差≤0.5 %）。
   * 1. 结果处理

三氟甲磺酸的含量按公式（1）计算

……………………………………（1）

式中：

X—三氟甲磺酸主成分含量，%；

C—NaOH标准溶液的浓度，mol/L；

V—样品消耗NaOH标准溶液的体积，mL；

V0—空白消耗NaOH标准溶液的体积，mL；

m0—加入样品前容量瓶的质量，g；

m1—加入样品后容量瓶的质量，g。

* 1. 硫酸根含量的测定
     1. 原理

采用分光光度计法。用三氟甲磺酸的水溶液与氯化钡反应生成硫酸钡沉淀，然后在分光光度计的波长下进行比浊计算出三氟甲磺酸中硫酸根的含量。

* + 1. 仪器及试剂

仪器：多功能水质分析仪。

试剂：浓氨水（优级纯以上）、稳定液、硫酸钾乙醇溶液、氯化钡溶液、硫酸钾标准溶液（7.256×10-2g/L）。

* + 1. 测定条件

测定推荐条件如下：

1. 检测波长：420 nm。
   * 1. 测定步骤
        1. 样品前处理

用移液管移取5 ml的三氟甲磺酸样品于盛有高纯水的100 ml容量瓶中，然后摇匀，待酸雾消失后，调pH至中性，然后定容，摇匀待用。

* + - 1. 标准曲线的绘制

1. 用1.00 ml移液管在一系列（6个）25 mL比色管中分别加入0.25 mL硫酸钾乙醇溶液与1.00 mL氯化钡溶液混合，放置1 min后，分别加入0.25 mL稳定液。然后再依次加入硫酸钾标准溶液（0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50）mL，用高纯水稀释至刻度，摇匀，静置5 min；
2. 在420 nm波长下，用1 cm厚度的比色皿，测定系列标准溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标，硫酸钾标准溶液加入量（mL）为横坐标，绘制标准曲线。相关系数R2≥0.99，否则重新配制标准溶液。
   * + 1. 测定
3. 用1.00 ml移液管分别取0.25 mL硫酸钾乙醇溶液与1.00 mL氯化钡溶液至25 mL比色管中混合，放置1 min后，加入0.25 mL稳定液。然后再用移液管滴入样品溶液至比色管中刚出现浑浊，记录加入样品溶液的体积为V2，然后用高纯水定容。摇匀，静置5 min；
4. 在波长420 nm下，用1 cm厚度吸收池，测定吸光度。
   * 1. 结果处理

根据测得的样品溶液的吸光度，从标准曲线查得对应的硫酸盐标准溶液的体积记为V1，按下式（2）计算硫酸根的含量：

……………………………………（2）

式中：

—样品中硫酸根的含量，10-6（g/g），ppm；

C1—硫酸钾标准溶液浓度，为7.265×10-2g/L；

V1—从标准曲线查得对应的硫酸盐标准溶液的体积，mL；

—样品的质量，；

m总—稀释后的样品溶液总质量，g；

V2—加入样品溶液的体积（取样量），mL；

96—硫酸根的分子量，g/mol；

174—硫酸钾的分子量，g/mol。

* 1. 氟含量的测定
     1. 原理

将氟离子电极和参比电极浸入同一含氟溶液中，参比电极的电位保持相对恒定，而氟离子电极的电位随溶液中离子浓度的不同而有所变化，当溶液的总离子强度为定值且足够时，电池的电动势与氟离子活度的对数成直线关系，从而指示出溶液中氟离子的活度。

* + 1. 仪器与试剂

仪器：SG8-pH计、氟离子选择电极和参比电极。

试剂：缓冲溶液、氟离子标准溶液。

* + 1. 测定步骤
       1. 样品前处理

用移液管移取5 ml的三氟甲磺酸样品于盛有高纯水的100 ml容量瓶中，然后摇匀，待酸雾消失后，调pH至中性，然后定容，摇匀待用。

* + - 1. 校准

用50.00 mL移液管分别移取氟标准溶液0.5 mg/L，5.0 mg/L，25.0 mg/L各50.00 mL至100 mL带磁子的聚乙烯烧杯中，再用50.00 mL移液管分别准确移入50.00 mL强离子缓冲溶液至各聚乙烯烧杯中。把氟离子选择电极和参比电极连接到SG8-pH计上，用高纯水清洗电极，并用滤纸擦干。将盛有0.5 mg/L氟标液的烧杯放到磁力搅拌器上，开启搅拌，插入电极，打开SG8-pH的开关，使仪器处于氟离子测量状态（即读数单位显示为mg/L），按下“Cal”键开始校正，待仪器读数稳定后（仪器读数稳定的判断：出现根号后，且连续15 s内读数变化小于0.03），按下“Read”键读数，然后依次校准5.0 mg/L，25.0m g/L的标液。校准斜率≥45 mV/pX为校正合格，否则重新校准电极。

* + - 1. 测定

1. 用50 mL移液管准确量取50 ml的待测样品，放入高纯水洗干净的100 ml带磁子的烧杯中，再加入50.00 mL缓冲溶液，将校准好的氟离子选择电极和参比电极插入上述混合溶液中，启动搅拌；
2. 在仪器的测量状态下，测定上述溶液的氟离子含量，读数稳定后（即连续两个5s读数不变或15s内读数变化<0.03），记录读数F0；
3. 若检测的电极读数高于25.0 mg/L，要待测样品稀释后，再检测，最终结果乘以稀释倍数即可。
   * 1. 结果处理

氟离子含量按照公式（3）进行计算：

……………………………………（3）

式中：

F―样品中氟离子含量10-6（V/V），ppm；

F0―电极读数，mg/L；

V总―吸收液体积，mL；

V2―气体样品取样量，L；

22.4—气体摩尔体积，L/ mol；

19—氟的摩尔质量，g/mol。

* 1. 水分含量的测定
     1. 原理

待测样品中水分参与碘对二氧化硫的氧化，第一步是与水反应，第二步是将第一步的产物亚砷酸-三氧化二砷络合物与甲醇反应，以促进第一步的反应。

卡尔费休水分仪滴定过程是由两端供电的双铂电极完成，而卡尔费休水分测定仪从去极化双铂电极中获得的电流信号控制滴定，当溶液中只有碘时，没有电流通过点击极化。当达到滴定终点时（水反应完成），溶液中的游离碘存在，使电极去极化，电流突然增加，从而使一个电极的碘氧化，另一个电极上的碘（I2）的量减少，此时，样品可根据消耗的卡尔费休试验剂量计算产品中的含水量。

* + 1. 仪器与试剂

仪器：卡尔费休水分仪。

试剂：甲醇 。

* + 1. 测定步骤

1. 打开水分仪主机电源，按“Pre-Titr”进行水分预滴定，选择方法为“method2”，使水分仪处于可测量状态，即水分漂移值<1.0 µg/s；
2. 用进样器吸取甲醇清洗进样器三次，再用待测样品清洗两次，抽取0.3 mL~0.4 mL样品，用滤纸擦干针头，放入分析天平，读数归零；
3. 按下水分仪“Start”键，注入样品，再按“Start”键，仪器开始测量；
4. 用滤纸再次擦干针头，放回分析天平称量，记录注入样品的质量；
5. 待仪器测量完毕，水分仪在“wt1”处输入样品质量，按“Enter”回车键，“wt2”处输入0，再次按“Enter”，仪器显示测定结果。
   * 1. 结果处理

记录测定结果，并重复测定，应至少平行测定三次，相对误差≤ 10 %。样品中水分含量取三次平行测定的算术平均值。

\*100%

参考文献

[1] GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定卡尔·费休法（通用方法）

[2] GB/T 23945-2009 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法

