|  |  |
| --- | --- |
| 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

三氟甲磺酸三甲基硅酯中杂质的检测

Detection of impurities in trimethylsilyl trifluoromethanesulfonate

2021 - XX - XX发布

2021 - XX - XX实施

河北省标准化协会  发布

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：郑秋艳、李林、李柄缘、苏子杰、滕莹。

三氟甲磺酸三甲基硅酯中杂质的检测

* 1. 范围

本文件规定了98.0 %三氟甲磺酸三甲基硅酯的技术要求，包括98.0 %三氟甲磺酸三甲基硅酯的试验方法、检验规则及测定结果处理，标志、包装、贮运以及安全的要求。

本文件适用于98.0 %的三氟甲磺酸三甲基硅酯。该产品主要应用于医药、化工等领域。

* 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 601-2002 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 602-2002 化学试剂杂质测定用标准滴定溶液的制备

GB/T 603-2002 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6680-2003 液体化工产品采样通则

GB/T 9729-2007 化学试剂氯化物测定通用方法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

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）

GB/T 23945-2009 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法

* 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

外观

无色或微黄透明液体。

三氟甲磺酸三甲基硅酯的质量应符合表1的指标要求。

表 1 三氟甲磺酸三甲基硅酯的质量指标要求

|  |  |
| --- | --- |
| 项目名称 | 指标 |
| 三氟甲磺酸三甲基硅酯纯度，10-2 ≥ | 98.0 |
| 氟化物含量，10-6 ≤ | 80 |

* 1. 三氟甲磺酸三甲基硅酯含量的测定
     1. 原理

三氟甲磺酸三甲基硅酯遇水分解为三氟甲磺酸，然后用已知浓度的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，按照水解出的三氟甲磺酸与三氟甲磺酸三甲基硅酯摩尔比计算出三氟甲磺酸三甲基硅酯。

* + 1. 仪器和试剂

50mL碱式滴定管；

NaOH标准溶液（0.5 mol/L，具体以实际标定值为准）。

* + 1. 测定条件

碱式滴定管刻度清晰、无堵塞情况。

* + 1. 测定步骤

测定步骤如下：

1. 在锥形瓶中加入30 mL高纯水，称重，记为m0，然后用干燥的移液管向锥形瓶中快速移入1 g~1.5 g样品（约1.0 mL），并立即盖紧瓶塞。待雾状消失后，称重，记为m1。摇匀后放置30 min，待溶解完全后，待滴定；
2. 在锥形瓶中加入两滴酚酞指示剂，用NaOH标准溶液，当由无色恰好变为粉红色时为滴定终点，记下所消耗NaOH标准溶液的体积为V；
3. 同时做空白对照，消耗NaOH标准溶液的体积记为V0；
4. 样品平行测定两次，以平行两次测定的算术平均值为结果。
   * 1. 结果处理

三氟甲磺酸三甲基硅酯的含量按公式（1）计算

……………………………………（1）

式中：

Y—样品中三氟甲磺酸三甲基硅酯质量百分比含量，%；

C—NaOH标准溶液的浓度，mol/L；

V—样品消耗NaOH标准溶液的总体积，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总质量，g。

* 1. 氯离子含量的测定
     1. 原理

采用分光光度计进行分析。三氟甲磺酸三甲基硅酯遇水分解为三氟甲磺酸，适量的三氟甲磺酸溶于水后，向其加入适量的氯化钡，溶液中的硫酸根与钡离子结合生成硫酸钡沉淀，同时用高纯水做空白，在420 nm波长下检测其吸光度。

* + 1. 仪器及试剂

仪器：可见分光光度计；

试剂：硝酸溶液（超净高纯）（1+4）：

硝酸银溶液（8.5 g/L）；

氯化钠标准溶液（含氯0.010 mg/mL，现用现配）。

* + 1. 测定条件

波长为430 nm。

* + 1. 测定步骤

1. 标准曲线
   1. 移取0.010 mg/mL Cl-标准溶液（0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50）mL分别加入至6个25 mL的比色管中，加入1 mL硝酸溶液酸化，再加1mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，暗处放置10 min。
2. 样品配制
   1. 体积法：于100 mL聚乙烯容量瓶中，加入约一半高纯水。用移液管准确移取体积为V0的样品加入上述容量瓶中，塞紧瓶塞，摇匀，待瓶内的雾气消失后，用高纯水定容至容量瓶刻度（V总），摇匀待用。适用于液体且密度一定的样品；
   2. 重量法：于100 mL聚乙烯容量瓶中，加入约50 mL高纯水。称重记为m1，用移液管准确移取一定体积或一定重量的样品加入上述容量瓶中，塞紧瓶塞，摇匀，待瓶内的雾气消失后，称重，记为m2，用高纯水定容至容量瓶刻度，记为V总，摇匀待用。适用于所有样品。
3. 样品测定
   1. 向25 mL比色管中加入1mL硝酸溶液，再加入1 mL硝酸银溶液，摇匀。用移液管向比色管中加入样品溶液，至出现浑浊，记录样品加入的体积V2，用水稀释至刻度。暗处静置10 min。
   2. 在430 nm波长下，用1 cm厚度吸收池，测定标准溶液和样品的吸光度。
      1. 结果处理

据测得的样品溶液的吸光度，从标准曲线查得对应的Cl-标准溶液的体积，记为V1，按下式计算氯离子的含量。

……………………………………（2）

式中：

W—样品中氯离子的含量，10-6（g/g），ppm；

C1—氯离子标准溶液浓度，mg/ml；

V1—从标准曲线查得对应的氯离子标准溶液的体积，mL；

V2—稀释后的样品取样量，mL；

V总—稀释后的样品（容量瓶）总体积，mL；

m0—样品的质量，，样品的密度，V0为取得样品的体积，mL、或m0=m2-m1。

