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

N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺中杂质的检测

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](#_Toc75811264)

[1 范围 1](#_Toc75811265)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc75811266)

[3 术语和定义 1](#_Toc75811267)

[4 技术要求 1](#_Toc75811268)

[5 警示 1](#_Toc75811269)

[6 一般规定 1](#_Toc75811270)

[7 N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺含量的测定 2](#_Toc75811271)

[8 水分的测定 2](#_Toc75811272)

[参考文献 4](#_Toc75811273)

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：罗建志、袁瑞玲、李虹嶙、王蒙蒙、马茜茜。

N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺中杂质的检测

* 1. 范围

本文件规定了99.0 %的N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺的检测要求，包括99.0 %N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺的试验方法、检验规则及测定结果处理。

本文件适用于99.0 %的N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺的测定。

* 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 603 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6679 固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

无色至淡黄色结晶固体。

* + 1. N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺的质量应符合表1的指标要求。

表1 N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺质量指标要求

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 | 指 标 |
| 纯度 | ≥99.0 % |
| 苯胺 | ≤0.30 % |
| N-苯基三氟甲基磺酰亚胺 | ≤0.50 % |
| 水份 | ≤0.20 % |

* 1. 警示

本文件所使用的部分试剂具有腐蚀性，操作者须谨慎小心！如溅到皮肤上应使用水冲洗，严重者送医治疗。

* 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、杂质标准滴定溶液、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. N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺含量的测定
     1. 原理

试样用二氯甲烷溶解后，高效液相进行测定，以面积归一法作为分析方法。

* + 1. 仪器及试剂

仪器：高效液相色谱。

试剂：二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、高效液相用1 μL注射器。

* + 1. 测定条件

按GB/T 6679-2003规定的取样方法进行取样。测定推荐条件如下：

流动相：乙酸乙酯：正己烷=1:4。

流速：1 mL/min。

柱型：SIL-100 Å。

柱温：40 ℃。

波长：254 nm。

进样量：20 μL。

样品浓度：2 mg/mL。

测试时间：30 min；。

* + 1. 测定步骤

取10 mg样品溶于5 mL的二氯甲烷溶液中，用0.45 μm有机滤头过滤后，取20 μL溶液进样，开始收集数据后30 min，完成测定。

* + 1. 结果计算

N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺纯度计算：

χ=1—(m1+m2)/0.04-m3；

χ—N-苯基-双（三氟甲磺酰）亚胺质量分数；

m1—苯胺的质量（mg）；

m2—N-苯基三氟甲磺酰亚胺的质量（mg）；

m3—水份含量。

* 1. 水分的测定
     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. 仪器及试剂

仪器：卡尔费休水分仪。

试剂：甲醇。

* + 1. 测定条件

水分漂移值<1.0 µg/s。

* + 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0.3mL~0.4mL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 16631-2008 高效液相色谱法通则

[3] GB/T 26792-2019 高效液相色谱仪

