

ICS 71.080.99
CCS G 85

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯

Perfluorous nonene and Perfluoro-4-methyl-2-pentene for
industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

工业用全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

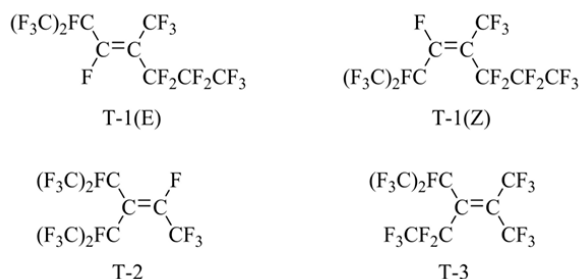
本文件规定了工业用全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以六氟丙烯为原料制得的工业用全氟壬烯和工业用全氟-4-甲基-2-戊烯。

全氟壬烯

分子式： C_9F_{18}

结构简式（全氟壬烯的主要成分包含T-1、T-2、T-3三种结构）：



以及其他符合 C_9F_{18} 分子式的同分异构体。

相对分子质量：450.07（按2022年国际相对原子质量）

全氟-4-甲基-2-戊烯

分子式： C_6F_{12}

结构简式：



相对分子质量：300.05（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 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 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6324.2 有机化工产品试验方法 第2部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

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 工业用氟代烷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

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

4.1 工业用全氟壬烯的技术指标应符合表1的规定。

表1 工业用全氟壬烯的技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	无色透明液体	
全氟壬烯, w/%	≥ 99.8	99.0
全氟-4-甲基-2-戊烯, w/%	≤ 0.01	0.02
全氟-2-甲基-2-戊烯, w/%	≤ 0.002	0.02
水分, w/%	≤ 0.0015	0.0015
酸值/(mg KOH/kg)	≤ 1.5	1.5
非挥发性残留物, w/%	≤ 0.01	0.01

4.2 工业用全氟-4-甲基-2-戊烯的技术指标应符合表2的规定。

表2 工业用全氟-4-甲基-2-戊烯的技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	无色透明液体	
全氟-4-甲基-2-戊烯, w/%	≥ 99.6	97.5
全氟-2-甲基-2-戊烯, w/%	≤ 0.02	0.50
水分, w/%	≤ 0.001	0.002
酸值/(mg KOH/kg)	≤ 4.6	4.6
非挥发性残留物, w/%	≤ 0.01	0.01

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件除另有规定,所用试剂均为分析纯试剂;试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。试验用水应符合GB/T 6682 中三级水的规定。

5.2 外观的测定

取适量样品置于50 mL干燥的具塞比色管内,日光灯或自然光下径向透视观察。

5.3 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法，试样经汽化通过毛细管色谱柱，使全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯及其有机杂质分离，使用氢火焰离子化检测器（FID）进行检测，采用峰面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.3 空气：经活性炭和分子筛净化。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID），仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：1.0 μL 。

5.3.4 试验条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表3和表4，典型色谱图及各组分保留时间参见附录A。能够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 推荐的色谱柱及典型操作条件（全氟壬烯）

项 目	参 数
色谱柱固定相	35%三氟丙基甲基聚硅氧烷
柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚度	60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.5 μm
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	220
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	230
柱箱温度程序	35 $^{\circ}\text{C}$ 保持 35 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 150 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 20min
载气（ N_2 ）流量/(mL/min)	0.45
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	400
进样量/ μL	0.3
分流比	20:1

表4 推荐的色谱柱及典型操作条件（全氟-4-甲基-2-戊烯）

项 目	参 数
色谱柱固定相	35%三氟丙基甲基聚硅氧烷
柱长 $\times$ 柱内径 $\times$ 液膜厚	60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.5 μm
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	220
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	230
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	35
载气（ N_2 ）流量/(mL/min)	0.45
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	400
进样量/ μL	0.3
分流比	20:1

5.3.5 分析步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用微量进样器注入0.3 μL 试样，待各组分流出完毕，用色谱工作站进行数据处理，采用面积归一化法定量。

5.3.6 结果计算

全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯、全氟-2-甲基-2-戊烯的含量及全氟-4-甲基-2-戊烯、全氟-2-甲基-2-戊烯的含量 w_i ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

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

式中：

A_i ——分别为试样中全氟壬烯（包括各种同分异构体总和）、试样中全氟-4-甲基-2-戊烯（包括顺反异构体总和）、试样中全氟-2-甲基-2-戊烯的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分峰面积的总和。

取三次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，三次平行测定结果的绝对差值应不大于0.1%。

5.4 水分的测定

按GB/T 7376-2008规定的“卡尔·费休——库仑法”进行测定。

5.5 酸值的测定

5.5.1 方法提要

试样加水震荡分层萃取后，取上层水相，以0.1%中性红为指示液，用氢氧化钾标准滴定溶液滴定，根据消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积计算酸值。

5.5.2 试剂材料

5.5.2.1 氢氧化钾标准滴定溶液： $c(KOH) = 0.01 \text{ mol/L}$ ；

5.5.2.2 0.1%中性红指示液。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 离心管：50 mL；

5.5.3.2 锥形瓶：100 mL；

5.5.3.3 长轴旋转混匀仪：RML-80Pro。

5.5.4 试验步骤

称取 20.0 g 试样，精确至 0.0001 g，置于 50 mL 离心管中，加入 20.0 mL 水，然后置于长轴旋转混匀仪中萃取，静置分层后，将上层水样转移至 100 mL 锥形瓶中，加入 2 滴 0.1%中性红指示液，用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色，30 s 内不变色为滴定终点，记录消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积 V 。同时以 20 mL 水做空白试验。

5.5.5 结果计算

酸值 w_{KOH} ，以mg KOH/kg表示，按式（2）计算：

$$w_{KOH} = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.11}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——试样滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

56.11——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。当酸值小于等于3 mg KOH/kg时，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.3 mg KOH/kg；当酸值大于3 mg KOH/kg时，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.5 mg KOH/kg。

5.6 非挥发性残留物的测定

按GB/T 6324.2的规定测得蒸发后干残渣作为非挥发性残留物。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章规定的项目中除非挥发性残留物外均为出厂检验项目，出厂检验应逐批进行。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，生产的均匀产品产量为一批，每批不大于 50 t。

6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6680的规定进行，采样安全应符合GB/T 3723的要求。样品总采样量不少于2kg，混匀后分别装于两个洁净干燥、带盖的高密度聚乙烯样品瓶中，密封，粘贴标签，注明样品名称、批号、等级、取样日期和取样人姓名，一瓶供质量检验部门检验用，另一瓶保存三个月备查。

6.4 判定

检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新加倍取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品包装容器外应有牢固的标志¹⁾，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、生产批号、净含量、本文件编号。包装好的产品应附有质量证明书，内容包括：生产厂家名称、产品名称、等级、批号、检验日期、产品净含量、产品质量符合本文件要求的证明。

7.2 包装

工业用全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯应使用氟化桶、内涂钢桶或不锈钢桶包装。在满足安全要求的情况下，也可按客户要求包装。

7.3 运输

运输过程中应轻装轻卸，防止撞击、拖拉、脱落和直接暴晒，符合铁路、公路对运输货物的相关规定。

7.4 贮存

工业用全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯应贮存在阴凉、通风、干燥的仓库中。包装容器应密闭，避免阳光直射，远离热源、火源，垛高不宜超过2层。不与强碱、胺类和醇类混贮。

1) 工业用全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯的安全信息参见附录 B。

附录 A

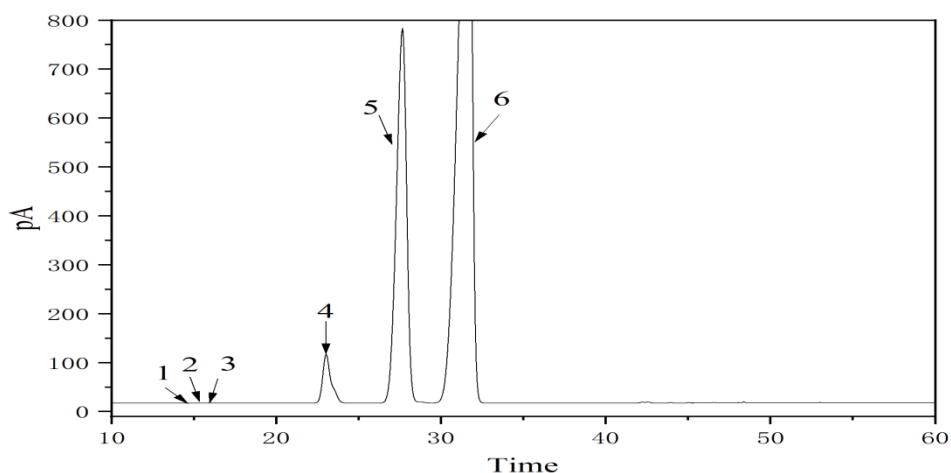
(资料性)

全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯典型色谱图及各组分保留时间

A.1 全氟壬烯的典型色谱图

A.1.1 典型色谱图

全氟壬烯典型色谱图如图A.1所示。



标引序号说明：

- 1——反-全氟-4-甲基-2-戊烯；
 2——顺-全氟-4-甲基-2-戊烯；
 3——全氟-2-甲基-2-戊烯；
 4——（顺反）全氟壬烯T-1；
 5——全氟壬烯T-2；
 6——全氟壬烯T-3。

图A.1 全氟壬烯典型色谱图

A.1.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表A.1。

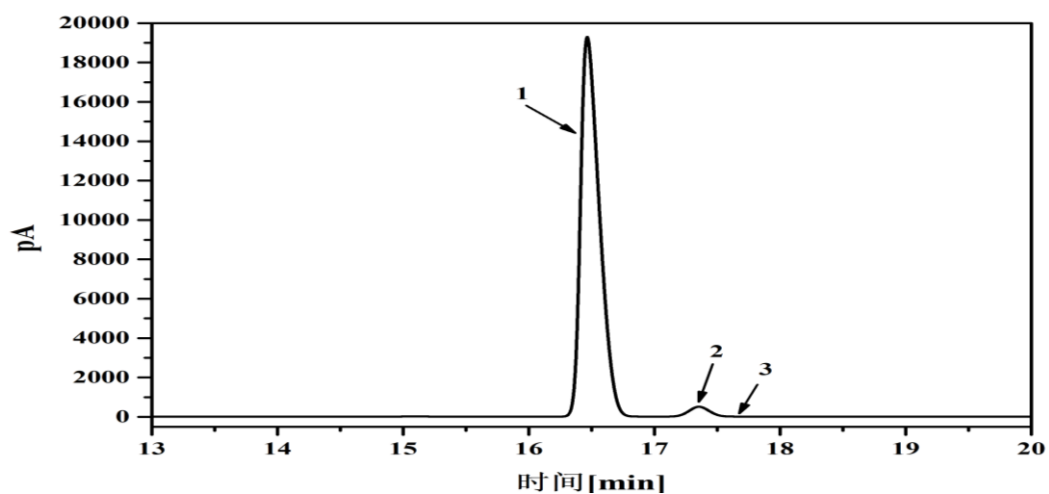
表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	反-全氟-4-甲基-2-戊烯	14.914
2	顺-全氟-4-甲基-2-戊烯	15.655
3	全氟-2-甲基-2-戊烯	15.960
4	（顺/反）全氟壬烯 T-1	23.036
5	全氟壬烯 T-2	27.674
6	全氟壬烯 T-3	31.641

A.2 全氟-4-甲基-2-戊烯

A.2.1 典型色谱图

全氟-4-甲基-2-戊烯典型色谱图如图A.2所示。



标引序号说明:

1——反-全氟-4-甲基-2-戊烯;

2——顺-全氟-4-甲基-2-戊烯;

3——全氟-2-甲基-2-戊烯。

图A.2 全氟-4-甲基-2-戊烯典型色谱图

A.2.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表A.2。

表 A.2 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	反-全氟-4-甲基-2-戊烯	16.465
2	顺-全氟-4-甲基-2-戊烯	17.354
3	全氟-2-甲基-2-戊烯	17.645

附录 B
(资料性)
安全信息

- B.1 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯为无色透明液体，产品有特征性气味。工业用全氟壬烯的沸程 110℃~115℃，无闪点，无燃点，不混溶于水。工业用全氟-4-甲基-2-戊烯沸点 47℃，无闪点，无燃点，不混溶于水。
- B.2 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯对眼睛、黏膜和皮肤有刺激作用，应避免吸入烟雾或蒸气，操作时应穿戴好劳动防护用品。若不慎溅入眼睛、皮肤，应立即用大量清水或生理盐水冲洗，必要时就医。
- B.3 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯不燃。发生火灾时使用适合环境的灭火器，或喷水对容器降温，有条件转移出火场。
- B.4 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯应贮存于清洁、干燥的仓库内，防止高温日晒，远离热源，远离酸、强碱、氧化剂等。
- B.5 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯为无色、透明的液体，不可燃，按非危险品运输，运输时应避免剧烈振荡，堆放时避免倒置。
- B.6 全氟壬烯、全氟-4-甲基-2-戊烯易挥发，在产品储存和运输过程中注意产品的密封性。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到

中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。

中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层

邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194

网址：www.ciesc.cn