

ICS 71.060.30
CCS G 11

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产
氢氟酸

By-product hydrofluoric acid from industrial

2,3-dichloro-5-(trifluoromethyl)pyridine 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：山东汇盟生物科技股份有限公司、中国化工情报信息协会、北京中企标服国际信息技术研究院。

本文件主要起草人：肖才根、霍英树、朱书平、付登、刘宇、张长安。

工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸

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 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶生产过程中产生的副产品氢氟酸，主要用于金属酸洗、工业级氟化盐及氟化物生产、普通玻璃及石材加工等领域。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸应符合表 1 的要求。

表1 工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸技术要求

项 目	指 标
外观	浅黄色透明液体
氟化氢 (HF), w/%	≥ 13.0
氯化氢 (以 HCl 计), w/%	≤ 10.0

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

除非另有规定，本文件所用的试剂和水，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。本文件所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观的测定

取适量样品置于比色管中，日光灯或自然光下径向透视观察。

5.3 氟化氢（以 HF 计）含量和氯化氢（以 HCl 计）含量的测定

5.3.1 方法提要

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至终点，然后以铬酸钾为指示剂，用硝酸银标准溶液滴定样品中的氯离子，溶液颜色变为砖红色为终点。依据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算得到氟化氢（HF）和氯化氢（HCl）的总含量；依据消耗的硝酸银标准滴定溶液体积计算氯化氢的含量，由氟化氢和氯化氢的总含量减去氯化氢的含量得到氟化氢的含量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

5.3.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.4 铬酸钾指示液：50 g/L。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 分析天平：感量 0.0001 g。

5.3.4 试验步骤

5.3.4.1 氟化氢（以 HF 计）含量和氯化氢（以 HCl 计）的测定

在 250 mL 聚乙烯锥形瓶中，用移液管移入 25.0 mL 水，称重，精确至 0.0002 g，记录质量 m_1 。用塑料滴管或小型聚乙烯烧杯吸取约 1 g 试样，加入锥形瓶中，立即盖紧瓶盖，再次称量，精确至 0.0002 g，记录质量 m_2 。试样质量 $m = m_2 - m_1$ 。向聚乙烯锥形瓶中加入 1~2 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由无色变为粉红色为终点，记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

5.3.4.2 氯化氢（以 HCl 计）含量的测定

将 4.3.4.1 分析后的溶液，用稀酸或稀碱调节 pH 值至中性，加入 1 mL 铬酸钾指示液，用 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液颜色变为砖红色为终点，记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积。

5.3.4.3 空白的测定

以水做空白，依次按 5.3.4.1 和 5.3.4.2 同样的操作进行试验。

5.3.5 结果计算

氟化氢（HF）含量 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{[c_1(V_1 - V_0) - c_2(V_2 - V_0')] \times 20.01}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

氯化氢（以 HCl 计）含量 w_2 ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c_2(V_2 - V_0') \times 35.45}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式（1）和式（2）中：

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_2 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0' ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

20.01——氟化氢的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

36.45——氯化氢的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样的质量，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第 4 章规定的项目均为出厂检验项目，出厂检验每批进行一次。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，同一批投料、同一条生产线生产、包装完好的产品为一批。

6.3 采样

产品采样应按 GB/T 6678、GB/T 6680 的规定进行。采样总量不少于 200 mL，分别装入两个氟化瓶或聚乙烯瓶中，密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号和取样日期等，一份由质量检验部门检验，另一份保存备查，保留时间由生产厂家根据实际需要确定。

6.4 判定

检验结果的判定采用 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，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。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⁾，其内容包括：产品名称、生产厂家名称和厂址、生产批号或生产日期、净重、本文件编号以及 GB 190 规定的“毒性物质”和“腐蚀性物质”的相关标志。

7.2 包装

产品采用内衬耐腐蚀材料的槽罐或符合相应等级要求的包装材料，也可以根据客户要求采用其他包装方式。

7.3 运输

1) 工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸安全信息的内容参见附录 A。

在运输过程中要确保不泄漏、不坠落、不损坏。严禁与碱类、活性金属粉末、玻璃制品等混装混运。运输过程车辆应配备泄漏应急处理设备。

7.4 贮存

产品应贮存在合适材质的储罐中，储存区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

附录 A
(资料性)
安全信息

A.1 工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸是腐蚀性溶液，有刺激性气味，为强酸液体。密闭操作，注意通风，操作人员必须经专门培训，严格遵守操作规程，佩戴自吸过滤式防毒面具（全面罩），穿橡胶耐酸碱服，戴橡胶耐酸碱手套，防止蒸汽泄漏到工作场所空气中。避免与碱类、活性金属、玻璃制品接触。

A.2 如皮肤接触，立即脱去污染的衣着，包括鞋子，用水或淋浴冲洗皮肤，如果皮肤发红或灼伤，立即就医；眼睛接触，立即翻开上下眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少 15 min，立即就医；如不慎吸入，将人员转移至空气新鲜处，保持呼吸舒适的姿势休息，如果症状持续或呼吸困难，立即就医。

A.3 工业用 2,3-二氯-5-三氟甲基吡啶副产氢氟酸腐蚀性极强，与普通金属反应，放出氢气与空气形成爆炸性混合物。

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