



中华人民共和国国家标准

GB/T 35506—2017

三氟乙酸乙酯(ETFA)

Ethyl trifluoroacetate(ETFA)

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位：浙江省化工研究院有限公司、中化蓝天氟材料有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：史婉君、方路、吴华明、方小青、赵燕芳、黄煜、孙小波、刘宏健、谭头云。

三氟乙酸乙酯(ETFA)

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了三氟乙酸乙酯(简称为 ETFA)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以羧酸或酰氯为原料,与醇酯化反应后精制而得的三氟乙酸乙酯(ETFA)。

分子式: $\text{C}_4\text{H}_5\text{F}_3\text{O}_2$

结构式: $\text{CF}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$

相对分子质量:142.08(按 2016 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)

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 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分:液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

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 6944 危险货物分类和品名编号

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

GB 30000.7 化学品分类和标签规范 第 7 部分:易燃液体

3 要求

3.1 外观:透明液体、无可见杂质。

3.2 三氟乙酸乙酯(ETFA)指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目	指标	
	优等品	合格品
三氟乙酸乙酯, $w/\%$	≥ 99.8	≥ 99.5
水分, $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10
酸度(以 CF_3COOH 计), $w/\%$	≤ 0.5	≤ 1.0
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.010
色度, Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 15	≤ 20
游离氟(以 HF 计), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.005
游离氯(以 HCl 计), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.005
乙醇, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.2
一氯二氟乙酸乙酯, $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.002

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。分析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。

4.2 外观的测定

量取 50 mL 试样置于 100 mL 干燥的具塞比色管内,日光灯或自然光下横向透视观察。

4.3 三氟乙酸乙酯、乙醇和一氯二氟乙酸乙酯含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的色谱条件下,试样经气化通过色谱柱,使其中的各组分离,用火焰离子化检测器检测,校正面积归一化法定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氮气:体积分数大于 99.995%。

4.3.2.2 氢气:体积分数大于 99.995%。

4.3.2.3 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化。

4.3.2.4 校准用标准样品:主含量应在 99.9%以上,否则应予以修正。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),并能满足表 2 所示条件进行操作的气相色谱仪均可使用,灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。

4.3.3.2 记录仪:色谱工作站或色谱数据处理机。

4.3.3.3 采样瓶:250 mL 或 500 mL 或 1 000 mL 聚乙烯瓶或聚四氟乙烯瓶。

4.3.3.4 进样器:1.0 μL 注射器或自动进样器。

4.3.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。配制样品色谱图和各组分相对保留值见附录 A 中的图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	熔融石英毛细管柱 30 m×0.25 mm×1.0 μm(柱长×柱内径×膜厚)
固定相	5%苯基-95%甲基聚硅氧烷
柱温	初始温度 40 ℃保持 6 min,以 10 ℃/min 升温到 150 ℃保持 2 min
汽化室温度/℃	200
检测器温度/℃	220
载气(N ₂)/(mL/min)	1.0
空气/(mL/min)	300
氢气/(mL/min)	30
进样量/μL	1.0
分流比	80 : 1

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 相对质量校正因子的测定

4.3.5.1.1 校准用标准样品的准备

试验中用到的校准用标准样品其含量应预先准确测定。当用三氟乙酸乙酯作为本底样品制备校准用标准样品时,需事先在本标准规定的试验条件下进行检查,应在待测组分处无杂质峰出现,否则应予以修正。

4.3.5.1.2 校准用标准样品配制

使用清洁、干燥、可以密封的磨口瓶,用准确称量的方法加入一定量的三氟乙酸乙酯标准样品及被测组分标准样品,配制与待测样品中各组分含量相近的校准用标准样品。

4.3.5.1.3 校准用标准样品中各杂质组分含量的计算

校准用标准样品中杂质组分*i*的质量分数*w_i*,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m_0 + \sum m_i} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_i* ——校准用标准样品中杂质组分*i*的质量,单位为克(g);
- m₀* ——校准用标准样品中本底样品的质量,单位为克(g);
- $\sum m_i$ ——校准用标准样品中杂质组分*i*质量的总和,单位为克(g)。

4.3.5.1.4 相对质量校正因子的计算

按表 2 推荐的色谱操作条件测定,以校准用标准样品的本底样品三氟乙酸乙酯为参照物,以参照物三氟乙酸乙酯的相对质量校正因子为 1 计,杂质组分 i 的相对质量校正因子 f_i ,按式(2)计算:

$$f_i = \frac{w_i A_R}{A_i w_R} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——校准用标准样品中杂质组分 i 的质量分数;

A_R ——参照物三氟乙酸乙酯的峰面积;

A_i ——校准用标准样品中杂质组分 i 的峰面积;

w_R ——参照物三氟乙酸乙酯的质量分数。

取三次平行测定结果的算术平均值为报告结果,各杂质组分相对质量校正因子的三次平行测定结果的相对标准偏差小于 10%。

4.3.5.1.5 其他

未知组分的相对质量校正因子 f_i 采用各杂质组分中最大的相对质量校正因子。

4.3.5.2 测定

按表 2 所列色谱操作条件调试仪器,稳定后准备进样分析。用注射器从采样瓶中抽取试样进样分析;或用自动进样器进样分析,以校正面积归一化法定量。

4.3.6 结果计算

4.3.6.1 三氟乙酸乙酯的质量分数 w_1 ,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{A_1 f_1}{\sum A_i f_i} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_1 ——三氟乙酸乙酯的峰面积;

f_1 ——三氟乙酸乙酯的相对质量校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积;

f_i ——组分 i 的相对质量校正因子;

$\sum A_i f_i$ ——各组分峰面积与相对质量校正因子乘积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,三氟乙酸乙酯的两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10%。

4.3.6.2 乙醇的质量分数 w_2 ,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 f_2}{\sum A_i f_i} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_2 ——乙醇的峰面积;

f_2 ——乙醇的相对质量校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积;

f_i ——组分 i 的相对质量校正因子;

$\sum A_i f_i$ ——各组分峰面积与相对质量校正因子乘积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,乙醇的两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.02%。

4.3.6.3 一氯二氟乙酸乙酯的质量分数 w_3 ,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{A_3 f_3}{\sum A_i f_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：
 A_3 ——一氯二氟乙酸乙酯的峰面积；
 f_3 ——一氯二氟乙酸乙酯的相对质量校正因子；
 A_i ——组分 i 的峰面积；
 f_i ——组分 i 的相对质量校正因子；
 $\sum A_i f_i$ ——各组分峰面积与相对质量校正因子乘积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，一氯二氟乙酸乙酯的两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.000 5%。

4.4 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行。
取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.002%。

4.5 酸度(以 CF₃COOH 计)的测定

4.5.1 方法原理

用电位滴定法，用三乙胺标准滴定溶液滴定，电位值的突跃点作为确定滴定终点，标准滴定溶液消耗体积计算试样的酸度(以 CF₃COOH 计)。

4.5.2 试剂

- 4.5.2.1 三乙胺。
- 4.5.2.2 异丙醇。
- 4.5.2.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。
- 4.5.2.4 三乙胺标准滴定溶液： $c[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_3]=0.1\text{ mol/L}$ 。

三乙胺标准滴定溶液按以下步骤进行配制、标定和计算浓度：

- a) 配制：量取 7 mL 三乙胺置于预先装有 400 mL 异丙醇的 500 mL 容量瓶中，充分混合均匀后，定容，摇匀。三乙胺标准滴定溶液的配制应在通风橱中完成，密封避光保存，有效期为 48 h。
- b) 标定：移取 25.0 mL 盐酸标准滴定溶液置于滴定杯中，加入 25 mL 异丙醇，混合均匀后，用配制的三乙胺标准滴定溶液进行电位滴定，所消耗的三乙胺标准滴定溶液的体积数 V_1 。
- c) 三乙胺标准滴定溶液的浓度 c_2 按式(6)计算：

$$c_2 = \frac{25.0 \times c_1}{V_1} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：
25.0——移取的盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 c_1 ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
 V_1 ——消耗三乙胺标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

4.5.3 仪器

- 4.5.3.1 电极：复合玻璃智能电极(pH 测量范围：0~12)。
- 4.5.3.2 电位滴定仪：精度为 0.1 mV/格；量程为-2 000 mV~+2 000 mV；配 10 mL 微量滴定管(分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL)和 100 mL 滴定杯。
- 4.5.3.3 电子天平：最大称样量不小于 200 g，感量为 0.000 1 g。

4.5.4 分析步骤

称取 10 g 试样置于 100 mL 滴定杯中,精确至 0.000 1 g,再加入 40 mL 异丙醇,充分搅拌,用三乙胺标准滴定溶液电位滴定至终点,所消耗三乙胺标准滴定溶液的体积数 V_2 ,同时进行空白试验。

4.5.5 结果计算

酸度(以 CF_3COOH 计)的质量分数 w_4 ,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{(V_2 - V_{01}) \times c_2 \times M_1}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V_2 ——测定试样时所消耗三乙胺标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{01} ——空白试验时所消耗三乙胺标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——三乙胺标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_1 ——三氟乙酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{CF}_3\text{COOH}) = 114.02$];

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——毫升与升的转换系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05%。

4.6 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 的规定方法进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.001%。

4.7 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定方法进行。

4.8 游离氟(以 HF 计)的测定

4.8.1 方法原理

在 pH 值为 5.5~6.0 的酸性介质中,以饱和甘汞电极为参比电极,氟离子选择电极为测量电极,用工作曲线法测定氟离子含量。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 盐酸溶液:1+4。

4.8.2.2 硝酸溶液:1+12。

4.8.2.3 氢氧化钠溶液:400 g/L。

4.8.2.4 缓冲溶液:将 270 g 二水合柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 24 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 800 mL 水中,然后用水稀释到 1 000 mL。

4.8.2.5 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

4.8.2.6 酚酞指示液:10 g/L。

4.8.2.7 氟标准溶液 I:1 mL 溶液含 1 000 μg 氟(F)。

称取 2.211 g 在 120 °C 干燥的氟化钠,以水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入塑料瓶中保存。

4.8.2.8 氟标准溶液 II:1 mL 溶液含 10 μg 氟(F)。

移取 1.0 mL 氟标准溶液 I 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入塑料瓶中保存。

4.8.3 仪器

- 4.8.3.1 氟离子选择电极。
- 4.8.3.2 饱和甘汞电极。
- 4.8.3.3 电位计。
- 4.8.3.4 电磁搅拌器和搅拌子。
- 4.8.3.5 电子天平:同 4.5.3.3。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 标准工作曲线

用移液管移取氟标准溶液 II 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液。用氢氧化钠溶液调节溶液为蓝色,再用硝酸溶液调节为黄色,加 10 mL 缓冲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将溶液倒入干燥的 50 mL 塑料烧杯中,置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极,连接电位计接线,连续搅拌溶液,调节电位计零点,当电位值达到平衡时停止搅拌(电位变化在 5 min 内不大于 0.5 mV),停止搅拌,15 s 后记录电位值 E_x 。其对应的氟质量依次为 0.00 μg 、5.00 μg 、10.00 μg 、30.00 μg 、50.00 μg 、100.00 μg 。以氟质量 m_F 的对数为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制 $E_x(\text{mV})-\log_{10} m_F(\mu\text{g})$ 标准工作曲线。

测量每个溶液时,电极插入的深度、搅拌速度、溶液温度应保持一致。

4.8.4.2 测定

4.8.4.2.1 试样预处理

称取 20 g 试样置于干燥的 150 mL 分液漏斗中,精确至 0.000 1 g,加入 20 mL 水震荡摇匀,静置分层,移出水层至 100 mL 烧杯中,再对有机层重复萃取一次,合并水层,加入 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠溶液调节溶液成红色,用硝酸溶液调节溶液至无色,再加入缓冲溶液 20 mL,再将烧杯的溶液全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度备用。该溶液即为萃取液。

4.8.4.2.2 试样测定

移取萃取液 10 mL,置于预先盛有 5 mL 水的 50 mL 容量瓶中,以下操作按 4.8.4.1 中自“加 1 mL 盐酸溶液……”至“记录电位值 E_x ”为止。由测得的相应的电位值,从标准工作曲线上查出所测试样溶液中的氟质量 m_2 。

4.8.5 结果计算

游离氟(以 HF 计)含量的质量分数为 w_5 ,按式(8)计算:

$$w_5 = \frac{m_2 \times 1.053 \times 100}{m_3 \times 1\,000\,000 \times 10} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- m_2 ——从标准工作曲线上查出所测试样溶液中的氟质量,单位为微克(μg);
- 1.053 ——氟与氟化氢的转换系数;
- 100 ——萃取液定容的体积数,单位为毫升(mL);
- m_3 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000 000——微克与克的转换系数；

10——移取萃取液的体积数，单位为毫升(mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于两次平行测定结果的算术平均值的 20%。

4.9 游离氯(以 HCl 计)的测定

4.9.1 方法原理

用电位滴定法，用硝酸银标准滴定溶液滴定，电位值的突跃点作为确定滴定终点，标准滴定溶液消耗体积计算试样中游离氯(以 HCl 计)的含量。

4.9.2 试剂

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

4.9.2.2 硝酸银标准滴定溶液 II： $c(\text{AgNO}_3)=0.02 \text{ mol/L}$ ，移取硝酸银标准滴定溶液 I 20 mL~100 mL，用水稀释至刻度，临用前制备。

4.9.3 仪器

4.9.3.1 测量电极：复合银环智能电极。

4.9.3.2 电位滴定仪：同 4.5.3.2。

4.9.3.3 电子天平：同 4.5.3.3。

4.9.4 分析步骤

移取萃取液(4.8.4.2.1)10 mL 置于 100 mL 滴定杯中，充分搅拌，用硝酸银标准滴定溶液 II 滴定至终点，所消耗的硝酸银标准滴定溶液 II 的体积数 V_3 ，同时进行空白试验。

4.9.5 结果计算

游离氯(以 HCl 计)的质量分数 w_6 ，按式(9)计算：

$$w_6 = \frac{(V_3 - V_{02}) \times 0.001 \times c_3 \times M_2 \times 100}{10 \times m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

V_3 ——测定试样时所消耗硝酸银标准滴定溶液 II 的体积，单位为毫升(mL)；

V_{02} ——空白试验时所消耗硝酸银标准滴定溶液 II 的体积，单位为毫升(mL)；

0.001——升与毫升的转换系数；

c_3 ——硝酸银标准滴定溶液 II 浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M_2 ——盐酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{HCl})=36.45$]；

100——氟离子萃取液的体积数，单位为毫升(mL)；

10——移取氟离子萃取液的体积数，单位为毫升(mL)；

m_3 ——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报告结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于两次平行测定结果的算术平均值的 20%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为型式检验项目，其中外观、三氟乙酸乙酯含量、水分、酸度、乙醇含量、

一氯二氟乙酸乙酯含量和色度为出厂检验项目。在正常情况下,每月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 发生重大质量事故时;
- f) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 三氟乙酸乙酯以同等质量的均匀产品为一批,桶装产品以不大于 20 t 为一批,槽罐产品以一槽车为一批。

5.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。用聚乙烯或聚四氟乙烯采样瓶进行采样,采样总量应保证检验的要求,采样后将样品瓶密封贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、产品等级、批号、采样时间和采样人姓名。

5.4 检验结果判定按 GB/T 8170 的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 产品的包装容器上应有牢固清晰的标志,其内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称;
- c) 厂址;
- d) 批号或生产日期;
- e) 净含量;
- f) 产品等级;
- g) 本标准编号;
- h) GB 30000.7 中规定的“易燃液体”标签¹⁾。

6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明,内容至少包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 生产日期和/或批号;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

6.2 包装

三氟乙酸乙酯应放置在符合 GB 6944 包装规定的清洁、干燥、密封良好的塑料包装桶或衬塑铁桶或槽罐中,常用 25 L、50 L、100 L、250 L。如有特殊要求,可按销售协议另行规定包装。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

6.3 运输

三氟乙酸乙酯产品在装卸运输过程中应轻装轻卸,避免直接曝晒。运输应符合中华人民共和国铁路、公路等对危险货物运输的有关规定。

6.4 贮存

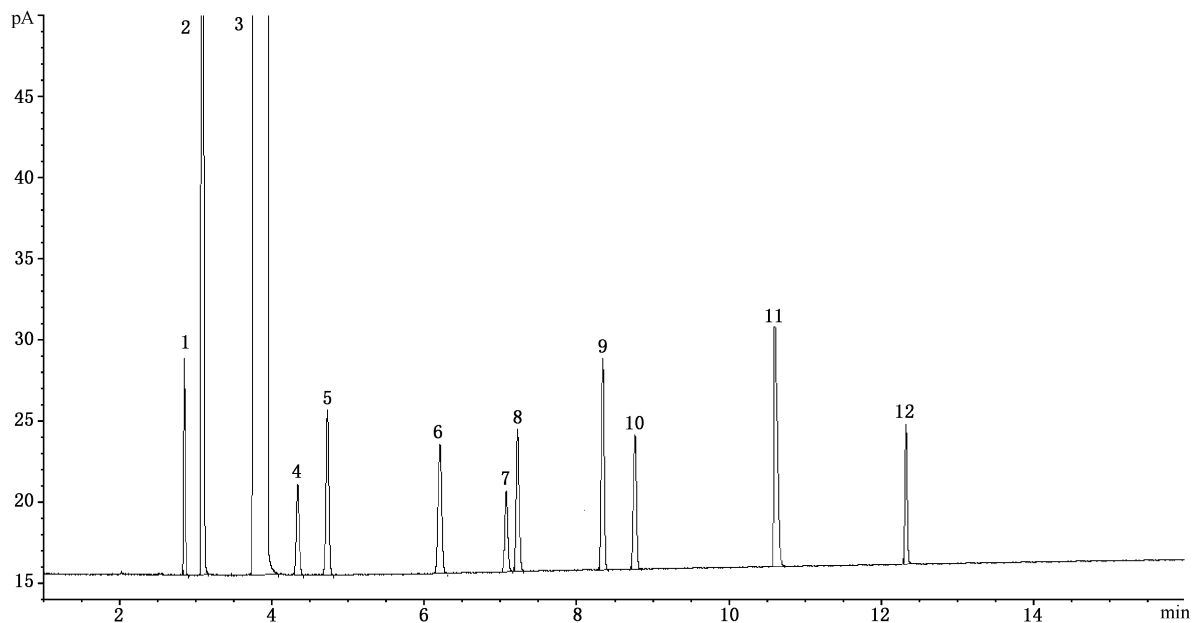
三氟乙酸乙酯应贮存在通风、阴凉、干燥的地方,不得靠近热源、火源。

附录 A
(规范性附录)

三氟乙酸乙酯含量测定配制样品色谱图和各组分相对保留值

A.1 三氟乙酸乙酯的典型配制色谱图

典型配制色谱图见图 A.1。



- 说明：
- 1 ——三氟乙酸甲酯；
 - 2 ——乙醇；
 - 3 ——三氟乙酸乙酯；
 - 4 ——1,1,1-三氯三氟乙烷；
 - 5 ——三氟乙酸异丙酯；
 - 6 ——三氟乙酸正丙酯；
 - 7 ——乙酸乙酯；
 - 8 ——二氟乙酸乙酯；
 - 9 ——1,2-二氯乙烷；
 - 10 ——一氯二氟乙酸乙酯；
 - 11 ——三氟乙酸；
 - 12 ——碳酸酯。

图 A.1 三氟乙酸乙酯含量测定配制样品色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序	组分名称	保留时间/min	相对保留值
—	甲烷 ^a	2.020	—
1	三氟乙酸甲酯	2.854	0.437
2	乙醇	3.086	0.558
3	三氟乙酸乙酯	3.929	1.000
4	1,1,1-三氯三氟乙烷	4.341	1.216
5	三氟乙酸异丙酯	4.730	1.420
6	三氟乙酸正丙酯	6.206	2.193
7	乙酸乙酯	7.076	2.649
8	二氟乙酸乙酯	7.227	2.728
9	1,2-二氯乙烷	8.344	3.313
10	一氯二氟乙酸乙酯	8.766	3.534
11	三氟乙酸	10.600	4.494
12	碳酸酯	12.324	5.398
^a 甲烷仅用于死时间的测定。			

附 录 B
(资料性附录)

三氟乙酸乙酯有关安全信息的提示

- B.1** 按 GB 6944 的规定,三氟乙酸乙酯属于易燃液体。遇明火、高热会引起燃烧,放出有毒气体;装有三氟乙酸乙酯的包装容器,若遇高热,容器内压力增大,有开裂的危险。
- B.2** 三氟乙酸乙酯具有腐蚀性,对眼睛、皮肤、黏膜和上呼吸道有强烈刺激作用,如不慎接触,用大量清水冲洗,就医。操作时需要穿戴适当防护手套、防护眼镜和其他必需的防护装备。
- B.3** 生产厂应提供三氟乙酸乙酯安全说明书和安全标签。
- B.4** 三氟乙酸乙酯着火时,应用抗溶性泡沫、二氧化碳、干粉、砂土灭火。用水灭火无效,但可用水保持火场中容器冷却。
-