

ICS 71.080.60
G 17
备案号：53198—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4872—2016

工业用固体甲醇钠

Solid sodium methoxide for industrial use

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：安徽金邦医药化工有限公司、安徽省标准化研究院。

本标准主要起草人：许金柱、丁昌东、王琛、黄崑成、程帮琴。

工业用固体甲醇钠

警告：本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本标准规定了工业用固体甲醇钠的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于甲醇与金属钠或与氢氧化钠反应制成的固体甲醇钠。

分子式：CH₃ONa

相对分子质量：54.02（按2011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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

3.1 外观：白色或类白色流动性粉末。

3.2 固体甲醇钠指标应符合表1的规定。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
总碱(以甲醇钠计), w/%	≥99.0	≥98.5
游离碱(以氢氧化钠计), w/%	≤1.5	≤2.0
碳酸钠, w/%		≤0.5

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。仪器为一般实验仪器。

4.2 外观的测定

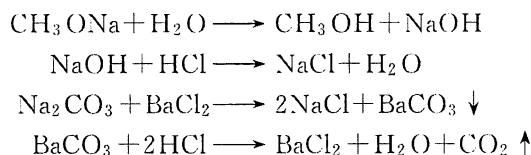
取适量试样于样品袋或透明干燥的密闭玻璃瓶中，在自然光下目视观察。

4.3 总碱和碳酸钠含量的测定

4.3.1 方法提要

固体甲醇钠与水反应生成氢氧化钠和甲醇，氢氧化钠与已知浓度的盐酸标准滴定溶液进行定量反应，根据消耗盐酸标准滴定溶液的浓度和体积计算总碱（以固体甲醇钠计）的质量分数。试样溶液中的碳酸钠与加入的氯化钡溶液反应，碳酸钠转化为碳酸钡沉淀，用已知浓度的盐酸标准滴定溶液滴定，根据消耗盐酸标准滴定溶液的浓度和体积计算碳酸钠的含量。

反应方程式：



4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.3 氯化钡溶液：10 %。

4.3.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

4.3.2.5 甲基橙指示剂：1 g/L。

4.3.3 分析步骤

用干燥的 100 mL 碘量瓶称取样品 $0.8 \text{ g} \sim 1.3 \text{ g}$ ，精确至 $0.000 2 \text{ g}$ 。加入约 20 mL 水溶解，加入 5 mL 氯化钡溶液，摇匀，密闭静置 5 min。加入 2 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液（4.3.2.1）滴定至溶液由红色变为无色为终点，记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_1 。在滴定结束的试样溶液中加入 2 滴甲基橙指示剂，继续用盐酸标准滴定溶液（4.3.2.2）滴定至溶液由黄色变为橙色为终点，记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_2 。

4.3.4 结果计算

4.3.4.1 总碱含量

总碱（以甲醇钠计）的质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c V_1 M}{1000 \times m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots \quad (1)$$

式中：

c ——盐酸标准滴定溶液（4.3.2.1）的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
 V_1 ——滴定试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 m ——4.3.3 中称取的试样的质量的数值，单位为克（g）；
 M ——甲醇钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=54.02$ ）。
 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应不大于 0.2 %。

4.3.4.2 碳酸钠含量

碳酸钠的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c V_2 M}{1000 \times m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots \quad (2)$$

式中：

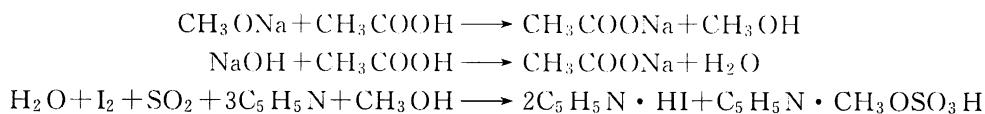
c ——盐酸标准滴定溶液（4.3.2.2）的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
 V_2 ——滴定试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 m ——4.3.3 中称取的试样的质量的数值，单位为克（g）；
 M ——碳酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=52.99$ ）。
 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

4.4 游离碱（以氢氧化钠计）含量的测定

4.4.1 方法提要

用冰乙酸中和试样，试样中的甲醇钠与冰乙酸反应生成乙酸钠和甲醇，试样中的氢氧化钠和冰乙酸反应生成乙酸钠和水。用已知滴定度的卡尔·费休试剂与生成的水进行定量反应，根据消耗的卡尔·费休试剂的体积计算游离碱（以氢氧化钠计）的含量。

反应方程式：



4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 无水甲醇：水含量不大于 0.05 %。

4.4.2.2 冰乙酸：水含量不大于 0.05 %。

4.4.2.3 冰乙酸-甲醇溶液：按冰乙酸比无水甲醇为 1 : 5（体积比）配制。

4.4.2.4 卡尔·费休试剂（单组分容量法水分测定试剂）。

4.4.3 准备工作

4.4.3.1 卡尔·费休试剂对水的滴定度的标定

按 GB/T 6283 的规定进行标定。

4.4.3.2 样品预处理

用干燥器皿称取试样 1.0 g ~ 1.5 g，精确至 0.000 2 g。以无水甲醇溶解并定容至 10 mL。

4.4.4 分析步骤

取 20 mL 冰乙酸-甲醇溶液，置于干燥的 100 mL 具塞反应瓶中。取 2 mL 试样溶液，按

HG/T 4872—2016

GB/T 6283 的规定测定其水分。同时吸取 2 mL 无水甲醇做空白。

4.4.5 结果计算

游离碱的质量分数（以氢氧化钠计） w_3 ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{5 \times 2.22 \times T \times (V - V_{\text{甲醇}})}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——滴定试样消耗卡尔·费休试剂的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_{\text{甲醇}}$ ——滴定 2 mL 无水甲醇消耗卡尔·费休试剂的体积的数值，单位为毫升（mL）；

T ——卡尔·费休试剂对水的滴定度的数值，单位为克每毫升（g/mL）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

2.22——1 mol 氢氧化钠与 1 mol 水的质量比。

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 %。

5 检验规则

5.1 本标准第 3 章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 以同等质量的均匀产品为一批，或按生产周期进行组批。

5.3 生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明书，其内容包括：

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

5.4 采样按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定进行，取样量不少于 500 g。将样品平均分为两份，放入清洁、干燥的氟化瓶中，贴上标签，标签上应注明产品名称、批号、取样日期及取样人，一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍数量的包装单元中取样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存**6.1 标志**

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、厂址；
- c) 生产日期或批号；
- d) 本标准编号；
- e) GB 190 规定的“易燃固体”标志和“腐蚀性物质”标志；
- f) GB/T 191 规定的“怕潮”标志。

6.2 包装

应用清洁、干燥的双层塑料袋密封，再装入符合安全要求的包装桶中。或在符合安全要求条件下根据用户的需求包装。

6.3 运输

产品在运输时应防火、防热、防雨淋、防受潮。

6.4 贮存

产品在贮存时应放在通风、干燥、阴凉的地方，应防火。

7 安全

7.1 危险警告

7.1.1 固体甲醇钠为白色粉末状固体，对水敏感，易燃，易爆，极易吸潮，遇水分解成甲醇和氢氧化钠，在126.6℃以上的空气中分解。有强烈的刺激性、极强的腐蚀性。

7.1.2 本品粉尘对呼吸道有强烈的刺激性和腐蚀性。皮肤接触可致灼伤。

7.2 安全措施

7.2.1 泄漏处理

隔离泄漏污染区，周围设警告标志，切断火源。应急处理人员宜戴自给式呼吸器，穿化学防护服。禁止直接接触泄漏物，禁止向泄漏物直接喷水或让水进入包装容器内。应采用砂土、干燥石灰或苏打灰混合，避免扬尘，应使用无火花工具收集，运至废物处理场所处置。如果大量泄漏，用塑料布、帆布覆盖，与有关技术部门联系，确定清除方法。

7.2.2 防护措施

- a) 呼吸系统防护：应佩戴防毒口罩。必要时佩戴防毒面具。
- b) 眼睛防护：戴化学安全防护眼镜。
- c) 防护服：穿工作服（防腐材料制作）。
- d) 手防护：戴橡皮手套。
- e) 其他：工作后，淋浴更衣。污染的衣服洗后再用。保持良好的卫生习惯。

7.2.3 急救措施

- a) 眼睛接触：立即提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少15 min。就医。
- b) 皮肤接触：脱去污染的衣着，用流动清水冲洗15 min。若有灼伤，就医治疗。
- c) 吸入：脱离现场至空气新鲜处。呼吸困难时，给予输氧。呼吸停止时，立即进行人工呼吸。就医。
- d) 食入：误服者立即漱口，给饮牛奶或蛋清。就医。饮足量温水，催吐，就医。

7.2.4 消防措施

应采用干粉、二氧化碳、砂土灭火。禁止用水。