

ICS 71.080.30
G 17
备案号:23661—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2031—2008

代替 HG/T 2031—1991

工业用硝基甲烷

Nitromethane for industrial use

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2031—1991《工业硝基甲烷》。

本标准与 HG/T 2031—1991 相比主要变化如下：

——范围由“适用于天然气、硝酸为原料制得的工业硝基甲烷”修改为“适用于硫酸二甲酯与亚硝酸钠合成的工业用硝基甲烷”(1991 年版的第 1 章,本版的第 1 章)；

——将外观单列一章(见第 3 章)；

——检验项目取消了总硝基烷烃(1991 年版的 3.2,本版的第 4 章)；

——色度指标一等品由 ≤ 30 号修改为 ≤ 25 号；密度指标由 $1.130\text{ g/cm}^3 \sim 1.136\text{ g/cm}^3$ 修改为 $1.136\text{ g/cm}^3 \sim 1.142\text{ g/cm}^3$ ；水分指标优等品由 $\leq 0.1\%$ 修改为 $\leq 0.3\%$ ，一等品由不控制修改为 $\leq 0.5\%$ ；酸度指标优等品由 $\leq 0.1\%$ 修改为 $\leq 0.05\%$ ，一等品由 $\leq 0.2\%$ 修改为 $\leq 0.10\%$ ；硝基甲烷含量指标优等品由 $\geq 95\%$ 修改为 $\geq 99.5\%$ ，一等品由 $\geq 95\%$ 修改为 $\geq 99.0\%$ (1991 年版的 3.2,本版的第 4 章)；

——硝基甲烷含量试验方法由填充柱色谱法修改为毛细管柱色谱法(1991 年版的 4.5,本版的 5.3)；

——水分试验方法由采用 GB/T 2366—1986《化工产品中水分含量的测定 气相色谱法》修改为采用 GB/T 6283—1986《化工产品中水分含量的测定—卡尔·费休法(通用方法)》(1991 年版的 4.3,本版的 5.6)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC63/SC2)归口。

本标准起草单位：山东兴辉化工有限公司。

本标准参加起草单位：山东宝源化工有限公司。

本标准主要起草人：高庆辉、侯诗东、韩己强、万凯、张博、张元广。

工业用硝基甲烷

1 范围

本标准规定了工业用硝基甲烷的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存和安全等。
本标准适用于硫酸二甲酯与亚硝酸钠合成制得的硝基甲烷的生产、检验和销售。该产品主要用作合成染料、燃料、炸药、农药、医药等的原料。
分子式： CH_3NO_2
相对分子质量：60.04（按 2005 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB 190—1990 危险货物包装标志
- GB/T 601—2002 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 1250 极限数值的表示方法与判定方法
- GB/T 3143—1982(2004) 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）
- GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）（eqv ISO 760：1978）
- GB/T 6678—2003 化工产品采样通则
- GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法（eqv ISO 3696：1987）
- GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 外观

透明液体，有特殊气味。

4 要求

工业用硝基甲烷应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
硝基甲烷的质量分数/%	≥ 99.5	99.0
色度/Hazen 单位（铂-钴色号）	≤ 20	25
密度(ρ_{20})/(g/cm ³)	1.136~1.142	
水的质量分数/%	≤ 0.3	0.5
酸（以乙酸计）的质量分数/%	≤ 0.05	0.10

5 试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些试验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。

5.2 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 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002 之规定制备。

5.3 硝基甲烷含量的测定

5.3.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法。在选定的工作条件下,样品经气化通过色谱柱,使其中的各组分分离,用火焰离子化检测器(FID)检测,采用校正面积归一化法定量,减去水分,得到硝基甲烷的含量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 氮气:体积分数大于 99.99%。

5.3.2.2 氢气:体积分数大于 99.99%。

5.3.2.3 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器(FID),灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中有关规定。

5.3.3.2 色谱数据处理机或积分仪。

5.3.3.3 微量注射器:2 μ L。

5.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分相对保留值参见附录 A 图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

色谱柱在首次使用前应进行老化处理。在通入载气(N_2)的情况下,柱温 120 $^{\circ}C$,老化 8 h。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

毛细管色谱柱	60 m \times 530 μ m \times 1.0 μ m(柱长 \times 柱内径 \times 液膜厚度)
固定相	键合交联聚乙二醇-20M
柱温	初始 70 $^{\circ}C$,保持 15 min,升温速度 10 $^{\circ}C$ /min,温度 120 $^{\circ}C$,保持 5 min
气化室温度/ $^{\circ}C$	200
检测器温度/ $^{\circ}C$	200
载气(N_2)流量/(mL/min)	3.9
氢气流量/(mL/min)	35
空气流量/(mL/min)	350
辅助气(N_2)流量/(mL/min)	20
进样量/ μ L	0.6
分流比	1:2

5.3.5 分析步骤

根据仪器说明书,调节仪器至表 2 所示的操作条件,待仪器稳定后即可开始测定。根据各组分色谱峰面积和其相对校正因子,采用校正面积归一化法定量。

相对校正因子的测定参见附录 A 的 A.3。

5.3.6 结果计算

硝基甲烷的质量分数 w_1 , 数值以 % 表示, 按公式(1)计算:

$$w_1 = (100 - w_{\text{水}}) \times \frac{f_1 A_1}{\sum f_i A_i} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——硝基甲烷色谱峰的面积;

f_1 ——硝基甲烷的相对校正因子;

A_i ——组分 i 色谱峰的面积;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

$w_{\text{水}}$ ——5.6 测得的以质量分数表示的水分的数值, 单位为百分数(%).

注: 试样中未知组分的相对校正因子取值为 1。

计算结果保留小数点后两位。

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 0.1 %。

5.4 色度的测定

按 GB/T 3143—1982(2004)规定的方法进行测定。

5.5 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.3 条规定进行测定。

硝基甲烷的密度温度校正系数为 $0.0012 \text{ g}/(\text{cm}^3 \cdot ^\circ\text{C})$, 适用范围为常温。

5.6 水分的测定

按 GB/T 6283—1986 规定的方法进行测定。

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 0.02 %。

5.7 酸度的测定

5.7.1 方法提要

将试样溶于乙醇-丙酮混合溶剂中, 用氢氧化钾标准滴定溶液滴定, 以 pH 计指示的数字 9.5~10.0 为终点, 计算酸度。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.7.2.2 乙醇-丙酮溶液: 1+1。

5.7.2.3 四硼酸钠缓冲溶液(25 °C pH=9.18): 称取四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)0.95 g, 用无二氧化碳水溶解于 250 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 酸度计: 分度值 0.01pH 单位。

5.7.3.2 磁力搅拌器。

5.7.4 分析步骤

将酸度计预热, 待稳定后, 用四硼酸钠标准缓冲溶液校准仪器至 pH=9.18。在 200 mL 烧杯中加入 75 mL 乙醇-丙酮溶液, 用移液管吸取 25 mL 实验室样品置于 200 mL 烧杯中, 并将烧杯放在磁力搅拌器上均匀搅拌, 插入电极, 用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至酸度计的读数为 9.5~10.0 时, 稳定 30 s, 即为终点。

5.7.5 结果计算

酸度以乙酸($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$)计的质量分数 w_2 , 数值以 % 表示, 按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[(V_1 - V_2)/1000]cM}{25 \times \rho} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——试料消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(5.7.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(5.7.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

25——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——试验温度下试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M ——乙酸($C_2H_4O_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=60.05$)。

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0.005%。

6 检验规则

6.1 第4章要求中表1规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验每批进行一次。

6.2 工业用硝基甲烷以每成品罐的量为一批。

6.3 工业用硝基甲烷的采样单元数按GB/T 6678—2003中7.6.1的规定确定。

6.4 工业用硝基甲烷采样方法按GB/T 6680—2003的规定进行。用开口采样管取样,样品混合均匀,平均分装在两个清洁干燥的磨口瓶中,贴上标签,注明产品名称、批号、取样日期、取样地点、取样者姓名。一瓶供检验用,一瓶保存备查。

6.5 工业用硝基甲烷应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、生产日期或者批号、产品等级和本标准编号等。

6.6 检验结果的判定按GB/T 1250中规定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,则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,则整批产品应做降级或不合格处理。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 工业用硝基甲烷包装容器上应有牢固的标志,其内容包括:产品名称、生产厂名称、厂址、批号或生产日期、产品等级、净含量、本标准编号及GB 190—1990中规定的“易燃液体”标志。

7.2 工业用硝基甲烷应用清洁干燥、密闭的塑料桶包装,或用能保证产品质量和符合运输要求的其他容器包装。每桶净含量225 kg,或根据用户要求包装。

7.3 工业用硝基甲烷运输过程中不能撞击、摩擦、拖拉,应保证包装件的完整。

7.4 工业用硝基甲烷应存放于阴凉通风、干燥的场所,避免日晒,隔绝热源和火种。工业用硝基甲烷在符合本标准规定的贮存、运输要求下自出厂之日起,保质期为8个月。逾期可重新检验,检验结果符合本标准要求时,仍可继续使用。

8 安全

8.1 硝基甲烷有毒、易燃、具有酸性,在操作时,应穿戴好防护用具,现场应有应急水源。当发生火灾时,应采用泡沫灭火剂、二氧化碳或水进行灭火。

8.2 硝基甲烷应避免与碱、橡胶、铁器等接触。

附录 A
(资料性附录)
硝基甲烷含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值、
和校正因子的测定方法

A.1 硝基甲烷含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。

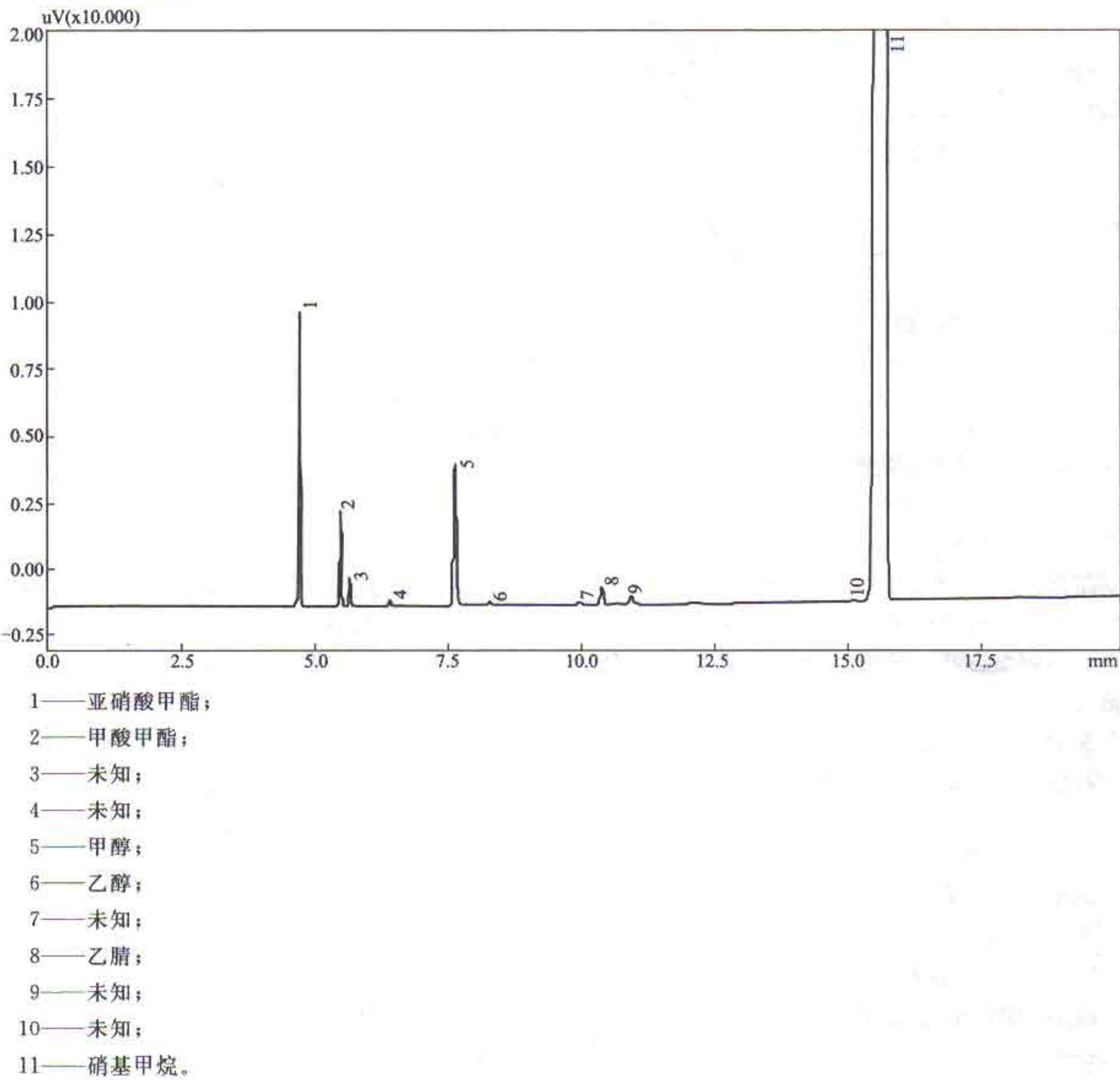


图 A.1 硝基甲烷典型色谱图

A.2 各组分相对保留值和相对校正因子

各组分相对保留值和相对校正因子见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值和相对校正因子

序号	组分名称	相对保留值	相对校正因子
1	亚硝酸甲酯	0.318	—
2	甲酸甲酯	0.352	—
3	未知	0.379	—
4	未知	0.406	—
5	甲醇	0.494	0.024 3
6	乙醇	0.552	0.13
7	未知	0.626	—
8	乙腈	0.658	0.211
9	未知	0.690	—
10	未知	0.965	—
11	硝基甲烷	1.000	1.000

A.3 校正因子的测定

A.3.1 试剂

A.3.1.1 丙酮。

A.3.1.2 硝基甲烷：质量分数大于 99.5 %。

A.3.1.3 校准用标准物质：甲醇、乙醇、乙腈和甲酸甲酯等，色谱纯试剂。

A.3.2 分析步骤

使用清洁、干燥、可以密封的磨口瓶，用称量的方法准确加入被测组分硝基甲烷和校准用标准物质甲醇、乙醇、乙腈和甲酸甲酯等，以丙酮为溶剂，配制与实际样品中各组分含量相近的校准用标准样品。

按与测定样品相同的实验条件测定校准用标准样品，平行测定 3 次，取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。

A.3.3 相对校正因子的计算

各组分相对硝基甲烷的校正因子 f_i ，按公式(A.1)计算：

$$f_i = \frac{Am_i}{A_im} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- A——硝基甲烷的峰面积；
- A_i ——组分 i 的峰面积；
- m ——硝基甲烷的质量的数值，单位为克(g)；
- m_i ——组分 i 的质量的数值，单位为克(g)。

A.3.4 相对校正因子的定期测定

相对校正因子应实际测定，并应定期进行校验。

HG/T 2031—2008

中华人民共和国

化工行业标准

工业用硝基甲烷

HG/T 2031—2008

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数13千字

2008年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0620

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:8.00元

版权所有 违者必究