

ICS 71.080.40
G 17

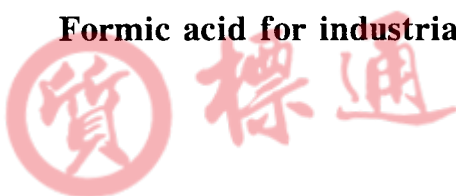


中华人民共和国国家标准

GB/T 2093—2011
代替 GB/T 2093—1993

工业用甲酸

Formic acid for industrial use



2011-06-16 发布

2011-11-01 实施

数码防伪

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。

本标准代替 GB/T 2093—1993《工业甲酸》，与 GB/T 2093—1993 相比，主要技术变化如下：

- 将产品按照不同含量分为 94%、90%、85% 三种规格(见第 3 章)，每种规格分别划分为三个等级(见 4.2, 1993 年版的 3.2)；
- 调整了色度、稀释试验、氯化物、硫酸盐、铁和蒸发残渣指标(见 4.2, 1993 年版的 3.2)；
- 增加了外观的测定试验方法(见 5.3)；
- 增加了氯化物和硫酸盐含量测定的分光光度法(见 5.7 和 5.8)；
- 修改了氯化物、硫酸盐、铁和蒸发残渣含量的取样方法，由量取体积修改为称取质量(见 5.7、5.8、5.9 和 5.10, 1993 年版的 4.4、4.5、4.6 和 4.7)；
- 增加了安全一章(见第 8 章)；
- 删除了甲酸密度的测定和甲酸密度表(见 1993 年版的附录 A 和附录 B)。

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/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位：肥城阿斯德化工有限公司。

本标准参加起草单位：重庆川东化工(集团)有限公司。

本标准主要起草人：孙宝远、张炳胜、陈衍军、武峰、刘海涛、王禄。

本标准于 1980 年首次发布，1993 年 4 月第一次修订。

工业用甲酸

1 范围

本标准规定了工业用甲酸的产品分类、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于甲酸甲酯法和甲酸钠法生产的工业用甲酸。

分子式: CH_2O_2

结构式: $\text{H}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$

相对分子质量: 46.03(按 2007 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,仅所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 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 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3049 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 产品分类

工业用甲酸按照甲酸含量分为三种规格:94%、90%和 85%。

4 要求

- 4.1 外观:无色透明液体,无悬浮物。
- 4.2 工业用甲酸指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标								
	94%			90%			85%		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
甲酸, w/%	≥94.0			≥90.0			≥85.0		
色度/Hazen 单位(Pt-Co 色号)	≤10		≤20	≤10		≤20	≤10	≤20	≤30
稀释试验(样品+水=1+3)	不浑浊		通过 试验	不浑浊		通过 试验	不浑浊	通过 试验	
氯化物(以 Cl 计), w/%	≤ 0.000 5	≤ 0.001	≤ 0.002	≤ 0.000 5	≤ 0.002		≤ 0.002	≤ 0.004	≤ 0.006
硫酸盐(以 SO ₄ 计), w/%	≤ 0.000 5	≤ 0.001	≤ 0.005	≤ 0.000 5	≤ 0.001	≤ 0.005	≤ 0.001	≤ 0.002	≤ 0.020
铁(以 Fe 计), w/%	≤ 0.000 1	≤ 0.000 4	≤ 0.000 6	≤ 0.000 1	≤ 0.000 4	≤ 0.000 6	≤ 0.000 1	≤ 0.000 4	≤ 0.000 6
蒸发残渣, w/%	≤ 0.006	≤ 0.015	≤ 0.020	≤ 0.006	≤ 0.015	≤ 0.020	≤ 0.006	≤ 0.020	≤ 0.060

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

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、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 和 GB/T 603 的规定制备。

5.3 外观的测定

于比色管中,加入实验室样品,在日光灯或日光下目测。

5.4 甲酸含量的测定

5.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。根据试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,计算出甲酸的质量分数。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

5.4.3 分析步骤

用减量法称取(0.8~1.0)g 实验室样品,精确至 0.000 2 g,置于预先盛有约 70 mL 无二氧化碳水的

250 mL 三角瓶中,加 2~3 滴酚酞指示液,作为试料,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至呈浅粉色,30 s 不褪色即为终点。

5.4.4 结果计算

甲酸的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.2.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——甲酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=46.03$);

m ——试样的质量的数值,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不大于 0.2%。

5.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

5.6 稀释试验

5.6.1 方法提要

实验室样品用水稀释放置后与水或硫标准溶液比浊。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 甲酸:质量分数在 88%以上(与水任意比例混合不浑浊,方可使用)。

5.6.2.2 硫(S)标准溶液:称取(0.01±0.001)g 硫,于 1 000 mL 三角瓶中,加入约 900 mL 甲酸,加热至溶解,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,加甲酸至刻度,摇匀备用。

5.6.3 分析步骤

5.6.3.1 标准比浊溶液的制备

量取(7.0±0.05)mL 硫(S)标准溶液于 50 mL 比色管中,加水至 40 mL,摇匀,放置 1 h(与实验室样品同时操作)。

5.6.3.2 测定

量取(10.0±0.05)mL 实验室样品,置于 50 mL 比色管中,加 30 mL 水,摇匀,放置 1 h,与同体积水轴向比浊。如呈现浑浊,则与标准比浊溶液轴向比浊。

5.6.4 结果的表示

试样与水比较不浑浊为不浑浊,试样浑浊度不大于标准比浊溶液的浑浊度为通过试验。

5.7 氯化物含量的测定

5.7.1 方法提要

在硝酸酸性溶液中,试样中的氯离子与硝酸银生成氯化银,与标准比浊溶液进行比浊。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸溶液:1+2。

5.7.2.2 硝酸银溶液:50 g/L。

5.7.2.3 氯化物(Cl)标准溶液:0.01 mg/mL,使用前配制。

5.7.3 仪器

可见分光光度计,带有 5 cm 的比色皿。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 试验溶液的制备

称取 1 g 实验室样品,精确至 0.1 g,加入 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液,再加水至 25 mL,作为试验溶液。

5.7.4.2 氯化物标准比浊溶液的制备

按产品规格分别取不同体积(见表 2)的氯化物(Cl)标准溶液于三个 50 mL 比色管中,各加 2 mL 硝酸溶液,再加水至 25 mL,作为氯化物标准比浊溶液。

表 2 不同规格产品标准比浊溶液中氯化物(Cl)标准溶液的体积

产品规格/%	氯化物标准溶液体积/mL		
	优等品	一等品	合格品
85	2	4	6
90	0.5	2	2
94	0.5	1	2

5.7.4.3 目视法

在装有试验溶液和氯化物标准比浊溶液的各比色管中分别加入 1 mL 硝酸银溶液,摇匀,于暗处放置 25 min,与相应规格对应的氯化物标准比浊溶液进行轴向比浊,判定该项指标的等级。

5.7.4.4 分光光度法(仲裁法)

在装有试验溶液和氯化物标准比浊溶液的各比色管中分别加入 1 mL 硝酸银溶液,摇匀,于暗处放置 25 min,以水为空白,在 420 nm 波长下测吸光值。试验溶液的吸光值与相应规格对应的氯化物标准比浊溶液吸光值比较,判定该项指标的等级。

5.8 硫酸盐含量的测定

5.8.1 方法提要

实验室样品中加入碳酸钠使其中硫酸根生成硫酸盐,在盐酸存在下加入氯化钡溶液生成硫酸钡,与标准比浊溶液进行比浊。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 硫酸盐(SO₄)标准溶液:0.1 mg/mL。

5.8.2.2 盐酸溶液:1+2。

5.8.2.3 碳酸钠溶液:100 g/L,称取无水碳酸钠 10 g,溶于水中制成 100 mL 溶液。

5.8.2.4 硫酸钾乙醇溶液:0.2 g/L。

5.8.2.5 氯化钡溶液:250 g/L。

5.8.3 仪器

可见分光光度计,带有 5 cm 的比色皿。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试验溶液的制备

称取实验室样品 10 g,精确至 0.1 g,置于蒸发皿中,加 0.2 mL 碳酸钠溶液在水浴上蒸发至干,加 1 mL 盐酸溶液使残渣溶解,用适量的水定量转移至 50 mL 比色管中,作为试验溶液。

注:可根据样品中硫酸盐含量,适当调整取样量,并同比例调整表 3 标准溶液的量取体积。

5.8.4.2 硫酸盐标准比浊溶液的制备

按产品规格分别取不同体积(见表 3)的硫酸盐(SO_4)标准溶液于三个 50 mL 比色管中,加 1 mL 盐酸溶液,作为硫酸盐标准比浊溶液。

表 3 不同规格产品标准比浊溶液中硫酸盐(SO_4)标准溶液的体积

规格/%	硫酸盐(SO_4)标准溶液体积/mL		
	优等品	一等品	合格品
85	1	2	20
90	0.5	1	5
94	0.5	1	5

5.8.4.3 目视法

在上述试验溶液和硫酸盐标准比浊溶液中,分别加入晶种液¹⁾,并加水至 25 mL,摇匀,放置 25 min,试验溶液与硫酸盐标准比浊溶液进行轴向比浊。判定该项指标的等级。

5.8.4.4 分光光度法(仲裁法)

在上述试验溶液和硫酸盐标准比浊溶液中,分别加入晶种液,并加水至 25 mL,摇匀,放置 25 min,以水为空白,在 420 nm 波长下测吸光值。试验溶液的吸光值与相应规格对应的硫酸盐标准比浊溶液吸光值比较,判定该项指标的等级。

5.9 铁含量的测定

5.9.1 分析步骤

称取约 20 g 实验室样品,精确至 0.1 g,置于 100 mL 蒸发皿中,在水浴上蒸干,加 1 mL 盐酸溶液(1+1),移入 100 mL 容量瓶中,按 GB/T 3049 规定进行。

1) 晶种液的制备是取 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液和 1 mL 氯化钡溶液,摇匀,放置 1 min。

5.9.2 结果计算

铁的质量分数 w_2 , 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1/1000}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——查标准曲线得出铁的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值, 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不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

5.10 蒸发残渣含量的测定

5.10.1 分析步骤

称取约 40 g 实验室样品, 精确至 0.1 g, 置于已恒重的 50 mL 石英蒸发皿中, 按 GB/T 6324.2 的规定进行。

5.10.2 结果计算

蒸发残渣的质量分数 w_3 , 数值以%表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_2 ——石英蒸发皿的质量的数值, 单位为克(g);

m_3 ——石英蒸发皿和蒸发残渣的质量的数值, 单位为克(g);

m ——试料的质量的数值, 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不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

6 检验规则

6.1 本标准第 4 章规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 工业用甲酸由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求, 并附有一定格式的质量证明书, 内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 产品等级;
- d) 生产日期或批号;
- e) 净含量;
- f) 本标准编号等。

6.3 在原材料、工艺不变的条件下, 产品连续生产的实际批为一批, 若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 24 h。

6.4 工业用甲酸的采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。用玻璃采样器采样, 所采试样总量不得少于 800 mL。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥带磨口塞的细口瓶中, 贴上标签并注明: 产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶供分析检验用, 另一瓶保存备查。

6.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验,罐装产品应重新多点采样进行检验。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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

工业用甲酸产品包装容器上应有清晰的标志,其内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称;
- c) 厂址;
- d) 商标;
- e) 批号或生产日期;
- f) 质量等级;
- g) 净含量;
- h) 本标准编号;
- i) 符合 GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标志。

7.2 包装

工业用甲酸装于适宜甲酸特性的塑料桶或不锈钢槽罐包装中,包装容器应清洁、干燥。

7.3 运输

工业用甲酸在运输及装卸时按照危险货物运输规定进行。

7.4 贮存

工业用甲酸应贮存在阴凉、通风、干燥的场所,避免日晒,远离火源和热源,不能与碱类一起贮存。

8 安全

8.1 危险警告

8.1.1 工业用甲酸可燃,具强腐蚀性和刺激性。凝固点 $8.2\text{ }^{\circ}\text{C}$,沸点 $100.8\text{ }^{\circ}\text{C}$,闪点 $68.9\text{ }^{\circ}\text{C}$,其蒸气与空气形成爆炸性混合物,爆炸极限为 $18\%\sim 57\%$ (体积分数)。

8.1.2 吸入本品蒸气对鼻、喉和呼吸道有刺激性,对眼有强烈刺激作用;皮肤接触,轻者出现红斑,重者引起化学灼伤。

8.2 安全措施

- a) 甲酸泄漏时应迅速撤离泄漏污染区人员至安全区,并进行隔离,严格限制出入,切断火源;
- b) 应急处理人员应戴自给正压式呼吸器,穿防酸碱工作服;
- c) 应避免甲酸与皮肤、眼睛接触,如果溅到皮肤上,立即脱去污染的衣着,用大量流动清水冲洗至少 15 min ;如果溅到眼睛里,立即提起眼睑,用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗至少 15 min ,然后急速就医。