



中华人民共和国国家标准

GB/T 33105—2016

工业用甲酸甲酯

Methyl formate for industrial use

2016-10-13 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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/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:江苏宿迁新亚科技有限公司、鲁西化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人:张炳胜、陈衍军、武峰、张兆明、刘海涛、周树新、孙彩虹、徐为民。

工业用甲酸甲酯

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。

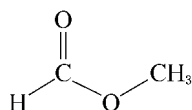
1 范围

本标准规定了工业用甲酸甲酯的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于由甲醇羰基化法反应工艺生产的工业用甲酸甲酯。

分子式： HCOOCH_3

结构式：



相对分子质量：60.05（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 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 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 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

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：无色透明液体，无可见杂质。

3.2 工业用甲酸甲酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
甲酸甲酯, $w/\%$	≥ 96.0	≥ 94.0
甲醇, $w/\%$	≤ 4.0	≤ 6.0
色度/Hazen 单位(铂-钴色号)	≤ 10	
水, $w/\%$	≤ 0.01	≤ 0.02
蒸发残渣/(mg/100 mL)	≤ 10.0	—

4 试验方法

4.1 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。

4.2 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。

分析中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 和 GB/T 603 之规定制备。

4.3 外观的测定

于比色管中,加入试验室样品,在自然光或日光灯下目测。

4.4 甲酸甲酯和甲醇含量的测定

4.4.1 方法提要

毛细管柱气相色谱法,氢火焰离子化(FID)检测器检测,以甲醇为参比物测定各组分的相对校正因子,减去水分后,用校正面积归一化法定量,计算各组分的含量。

4.4.2 仪器

4.4.2.1 气相色谱仪。配有火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定,仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.4.2.2 色谱工作站。

4.4.2.3 微量注射器:1 μL 。

4.4.3 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。甲酸甲酯和甲醇含量测定的典型气相色谱图见图 A.1,各组分的保留时间见表 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	操作条件
色谱柱	聚乙二醇(PEG-20M) 毛细管柱
柱长×柱内径×膜厚	30 m×0.32 mm×0.5 μm
柱温/℃	80
汽化室温度/℃	140
检测器温度/℃	200
载气柱流量/(mL/min)	2
空气流量/(mL/min)	400
分流比	30 : 1
进样体积/μL	0.1

4.4.4 分析步骤

按仪器说明书开启仪器,按表 2 所示的操作条件调节仪器,待仪器稳定后,注入实验室样品进行测定。采用校正面积归一化法定量。相对质量校正因子的测定见 A.3。

4.4.5 结果计算

甲酸甲酯及甲醇的质量分数 w_i ,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{f_i \times A_i}{\sum (f_i \times A_i)} \times (1 - w_1) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的色谱峰面积;

w_1 ——4.6 测得的样品中水分的质量分数, %。

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不大于 0.2%。

4.5 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

4.6 水分的测定

称取实验室样品 10 g,精确至 0.01 g,按 GB/T 6283 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不大于 0.003%。

4.7 蒸发残渣的测定

4.7.1 分析步骤

移取 100 mL 实验室样品,于已恒量的 100 mL 石英蒸发皿中,按 GB/T 6324.2 的规定进行。

4.7.2 结果计算

蒸发残渣以 w_2 计,数值以毫克每 100 毫升(mg/100 mL)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = (m_1 - m_0) \times 1\,000 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——蒸发皿(空)加蒸发残渣的质量,单位为克(g);

m_0 ——蒸发皿(空)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不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

5 检验规则

- 5.1 第 3 章规定的所有项目均为出厂检验项目。
- 5.2 在原材料、工艺不变的条件下,以同等质量的产品为一批,每批产品不超过 50 t。
- 5.3 工业用甲酸甲酯的采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。用玻璃采样器取样,所采样品总量不得少于 500 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。
- 5.4 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,应重新自两倍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 工业用甲酸甲酯产品包装容器上应有清晰、牢固的标志,其内容包括:
 - a) 生产厂名称;
 - b) 产品名称;
 - c) 厂址;
 - d) 本标准编号;
 - e) 生产日期或批号;
 - f) 产品等级;
 - g) 净含量;
 - h) 符合 GB 190 中规定的“易燃液体”标志。
- 6.1.2 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,内容包括:
 - a) 生产厂名称;
 - b) 产品名称;
 - c) 批号或生产日期;
 - d) 产品检验结果或检验结论;
 - e) 本标准编号等。

6.2 包装

工业用甲酸甲酯应装于小开口钢桶、不锈钢槽罐中,包装容器应清洁、干燥。灌装时应注意流速(不超过 3 m/s),且有接地装置,防止静电积聚。

6.3 运输

工业用甲酸甲酯在运输及装卸时按照危险货物运输规定进行。

6.4 贮存

储存于阴凉、通风的库房。远离火种、热源。库温不宜超过 28℃。保持容器密封。应与氧化剂、碱类分开存放,切忌混储。采用防爆型照明、通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。贮存区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

7 安全

7.1 危险警告

工业用甲酸甲酯为低闪点易燃无色液体,有芳香气味;凝固点-99.8℃,沸点 31.5℃,闪点-32℃,溶于水 and 乙醇,能与碱液发生皂化反应;有毒和刺激性;其蒸气与空气形成爆炸性混合物,爆炸极限为 4.5%~32.0%(体积分数)。本品有麻醉和刺激作用,反复接触本品可致痉挛甚至死亡。

7.2 安全措施

甲酸甲酯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。建议应急处理人员戴自给正压式呼吸器,穿防静电工作服。应避免甲酸甲酯与皮肤、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。如果吸入,迅速脱离现场至空气新鲜处,保持呼吸道畅通,如呼吸困难,给输氧,如呼吸停止,立即进行人工呼吸;如食入,饮足量温水,催吐,急速就医。

灭火方法:尽可能将容器从火场移至空旷处,喷水保持火场容器冷却,直至灭火结束;灭火剂:抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳、砂土。

注意:用水灭火无效。

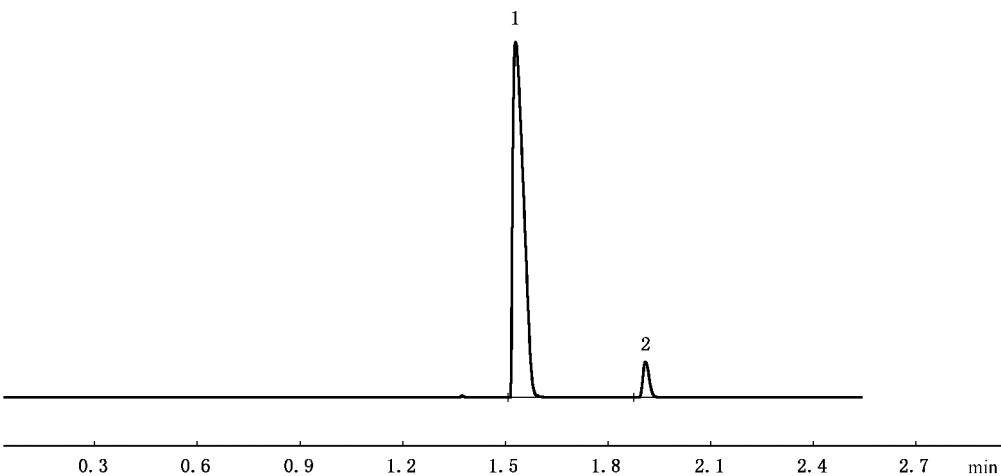
附 录 A

(规范性附录)

甲酸甲酯及甲醇含量测定的典型色谱图、各组分相对保留值及
相对质量校正因子的测定方法

A.1 甲酸甲酯及甲醇含量测定的典型色谱图

甲酸甲酯及甲醇含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明：
1——甲酸甲酯；
2——甲醇。

图 A.1 甲酸甲酯及甲醇含量测定的典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

序 号	物 质	保留时间/min	相对保留值
1	甲酸甲酯	1.527	1.00
2	甲 醇	1.907	1.25

A.3 相对质量校正因子的测定

A.3.1 试剂

A.3.1.1 甲酸甲酯：质量分数大于 99.8%。

A.3.1.2 甲醇:色谱纯。

A.3.2 分析步骤

称取约 0.4 g 甲醇,加入到已称入约 9.6 g 甲酸甲酯的色谱瓶中,摇匀,得校准用标准溶液,校准用标准溶液中杂质的含量应与待测试样中杂质含量相近,参比物甲醇含量的质量分数约为 4%。

以上各组分称量精确至 0.000 1 g,各组分的质量分数的计算精确至 0.001%。当配制校准用标准溶液的标准物质中含其他被测组分大于 0.01%时,标准溶液的组分含量应予以修正。

在与测定样品相同的色谱操作条件下,将配制的校准用标准溶液注入色谱仪。平行测定 3 次以上,峰面积相对误差应小于 2%,取 3 次测定的峰面积的算术平均值为测定结果。根据所得的峰面积及杂质组分含量,计算各组分的相对质量校正因子 f_i 。

A.3.3 相对质量校正因子的计算

组分 i 相对甲醇的相对质量校正因子 f_i ,按式(A.1)计算:

$$f_i = \frac{A_{EG} \times w_i}{A_i \times w_{EG}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_{EG} —— 甲醇的峰面积;

A_i —— 组分 i 的峰面积;

w_{EG} —— 甲醇的质量分数, %;

w_i —— 组分 i 的质量分数, %。

注:未知物的相对质量校正因子以 1.00 计。