

中华人民共和国化工行业标准

HG 2322-92

工业金属钠

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业金属钠的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于以盐法或碱法电解制得的工业金属钠。该产品主要用于有机合成和某些金属冶炼的还原剂,合成橡胶的催化剂,石油的脱硫剂等,还用作化工、医药产品的原料。

分子式:Na

相对分子质量:22.99(按1989年国际相对原子量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备。

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB 6682 实验室用水规格

3 技术要求

3.1 外观:银灰色块状,新切断面呈银白色。

3.2 工业金属钠应符合下表要求:

		% (m/m)		
项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
主含量(以 Na 计)	≥	99.7	99.5	99.0
钾(K)含量	≤	0.04	0.10	—
钙(Ca)含量	≤	0.06	0.08	0.15
铁(Fe)含量	≤	0.001		
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.005		

注:碱法电解制得的工业金属钠,在正常生产时,其钙含量和钾含量每半年检验一次。

中华人民共和国化学工业部 1992-06-01批准

1992-09-01实施

4 试验方法

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

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603之规定制备。

4.1 主含量的测定

4.1.1 方法提要

金属钠试样溶液,以溴甲酚绿-甲基红为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定,根据盐酸标准滴定溶液的消耗量,确定主含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 95%乙醇(GB 679);

4.1.2.2 盐酸(GB 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约为0.1 mol/L;

4.1.2.3 溴甲酚绿(HG 3-1226)-甲基红(HG 3-938)指示液。

4.1.3 分析步骤

用滤纸仔细揩去金属钠块上的15号白油,从中间部位切取约2.5 g的钠块,用镊子夹住,迅速放入干燥的称量瓶中。用减量法称量,精确至0.000 2 g。置于盛有60 mL乙醇的200 mL烧杯中,盖上表面皿。待钠完全溶解,溶液冷却至室温后,用20~30 mL水在杯的上方冲洗表面皿。将溶液移至1 000 mL的容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液A。溶液A并用于钾的测定。

用移液管移取25 mL溶液A,置于250 mL的锥形瓶内。加2滴溴甲酚绿-甲基红指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿变为暗红色,煮沸2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的主含量(以Na计)(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.022\ 99}{m \frac{25}{1\ 000}} \times 100$$

$$= \frac{91.96(V - V_0)c}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——滴定试样溶液消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.022 99——与1.00 mL盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的,以克表示的金属钠的质量。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.2 钾含量的测定

4.2.1 方法提要

通过测定试样溶液和标准溶液所产生的原子蒸气对钾元素的特定波长的辐射的吸收度来确定试样中钾元素的含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 基准氯化钠(GB 1253);

4.2.2.2 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.2.2.3 钾标准溶液:1 mL溶液含有0.100 mg钾(K);

4.2.2.4 钾标准溶液:1 mL 溶液含有0.010 mg 钾(K);

配制:用移液管移取10 mL 钾标准溶液(4.2.2.3)置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 原子吸收分光光度计;

4.2.3.2 钾空心阴极灯;

4.2.3.3 波长:766.5 nm;

4.2.3.4 火焰:乙炔-空气。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 工作曲线的绘制

取一系列100 mL 的容量瓶,各加入0.32 g 基准氯化钠,优等品分别加入0、1.00、2.00、3.00 mL 钾标准溶液(4.2.2.4),一等品分别加入0、0.50、1.00、1.50 mL 钾标准溶液(4.2.2.3),用水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长766.5 nm 处以水为参比,测量吸光度。从每个标准参比液的吸光度中减去试剂空白试验的吸光度,以钾的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.2.4.2 测定

用移液管移取50 mL 第4.1.3条中的溶液 A,置于白金或石英制蒸发皿内。以盐酸溶液中和,用广泛 pH 试纸检验 pH 接近7,再加0.2~0.3 mL 过量的盐酸溶液,置于可调电炉上蒸发至干。残渣以20 mL 水溶解后,移入1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。此溶液为溶液 B。溶液 B 并用于钙的测定。使用原子吸收分光光度计,在波长766.5 nm 处,以水为参比,测量吸光度,从工作曲线上查出钾的质量浓度。

4.2.4.3 空白试验溶液

在测定试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液同时同样处理。此溶液为溶液 C。溶液 C 并用于钙的测定。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钾(K)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(\rho_2 - \rho_1) \times 100 \times 10^{-3}}{m \frac{50}{1\,000}} \times 100$$

$$= \frac{200(\rho_2 - \rho_1)}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: ρ_2 ——从工作曲线上查得的试样溶液的钾的质量浓度,mg/mL;

ρ_1 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液的钾的质量浓度,mg/mL;

m ——试料的质量,g。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

4.3 钙含量的测定

4.3.1 方法提要

通过测定试样溶液和标准溶液所产生的原子蒸气对钙元素的特定波长的辐射的吸收度来确定试样中钙元素含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 基准氯化钠(GB 1253);

4.3.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含有0.100 mL 钙(Ca);

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 原子吸收分光光度计;

4.3.3.2 钙空心阴极灯;

4.3.3.3 波长:422.7 nm;

4.3.3.4 火焰:乙炔-空气。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 工作曲线的绘制

取5个100 mL的容量瓶,各加入0.32 g 基准氯化钠,分别加入0、0.50、1.00、1.50、2.00 mL 钙标准溶液。用水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长422.7 nm处,以水为参比,测量吸光度。从每个标准参比液的吸光度中减去试剂空白试验的吸光度,以钙的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.3.4.2 测定

将4.2.4.2条留用的溶液B和4.2.4.3条留用的溶液C在原子吸收分光光度计上,以波长422.7 nm处测定吸光度,从工作曲线上查出钙的质量浓度。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙(Ca)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(\rho_2 - \rho_1) \times 100 \times 10^{-3}}{m \frac{50}{1000}} \times 100$$

$$= \frac{200(\rho_2 - \rho_1)}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: ρ_2 ——从工作曲线上查得的试样溶液的钙的质量浓度,mg/mL;

ρ_1 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液的钙的质量浓度,mg/mL;

m ——试料的质量,g。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于0.003%。

4.4 铁含量的测定

4.4.1 方法提要

同GB 3049第2条。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 95%乙醇(GB 679);

4.4.2.2 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.4.2.3 酚酞(GB 10729)指示液:1 g/L;

4.4.2.4 氨水(GB 631)。

其他同GB 3049第3条。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 分光光度计:带有3 cm的吸收池。

4.4.4 工作曲线的绘制

按GB 3049第5.3条的规定,用3 cm吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 试验溶液的制备

用滤纸仔细揩去金属钠块上的15号白油,从中间部位切取约2 g的金属钠块,用镊子夹住,迅速放入干燥的称量瓶内,用减量法称量,精确至0.01 g。将试料置于200 mL盛有40 mL乙醇的烧杯中,盖上表面皿。待试料完全溶解后,加40~50 mL水,加2滴酚酞指示液。用盐酸溶液滴至溶液红色消失,再过量3滴。然后将烧杯放在可调电炉上,加热蒸发至干(注意开始加热时,电炉温度应控制在70℃左右,待乙醇蒸发至干,无乙醇气味再把温度上调)。取下烧杯,冷却至室温,加2滴盐酸溶液。

用水冲洗蒸干的烧杯,并将溶液全部移入100 mL容量瓶中,加水至约40 mL。

4.4.5.2 空白试验溶液的制备

在另取的200 mL烧杯中,加入40 mL乙醇,加40~50 mL水,加2滴酚酞指示液,加14 mL盐酸溶液,滴加约16 mL氨水至溶液呈现红色,用盐酸溶液滴至溶液红色消失,自“……再过量3滴……”开始,按4.4.5.1条进行操作。

4.4.5.3 测定

在盛有试验溶液和空白试验溶液的两个100 mL容量瓶中,按GB 3049第5.4条的规定,自“……必要时,加水至约60 mL……”开始进行操作。

4.4.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m \times 10^3} \times 100$$

$$= \frac{m_2 - m_1}{10m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_2 ——从工作曲线上查得的试验溶液的铁质量,mg;

m_1 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液的铁质量,mg;

m ——试料的质量,g。

4.4.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

4.5 重金属含量的测定

4.5.1 方法提要

重金属离子与负二价硫离子在乙酸介质中,生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时,生成稳定的暗色悬浮液,可用于重金属的目视比色法测定。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 30%乙酸(HG 3—1095);

4.5.2.2 95%乙醇(GB 679);

4.5.2.3 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.5.2.4 氢氧化钠(GB 629)溶液:100 g/L;

4.5.2.5 硫化氢饱和溶液:此溶液新鲜配制;

4.5.2.6 铅标准溶液:1 mL溶液含有0.025 mg铅(Pb)。

配制:用移液管移取25 mL按GB 602配制的铅标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

4.5.2.7 酚酞(GB 10729)指示液:1 g/L。

4.5.3 分析步骤

用滤纸仔细揩去金属钠块上的15号白油,从中间部位切取约 2.00 ± 0.01 g的钠块。用镊子夹住迅速放入干燥的称量瓶中,用减量法称量。置于盛有60 mL乙醇的200 mL烧杯中,盖上表面皿。待试料完全溶解后,用水冲洗表面皿,将试验溶液移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取25 mL试验溶液于50 mL比色管中,加1滴酚酞指示液,用盐酸溶液调节pH至中性后,过量4 mL。放置10 min后,再用氢氧化钠溶液调节pH至中性(用广泛pH试纸检验)。加入0.4 mL乙酸溶液,加入10 mL新制备的饱和硫化氢溶液,稀释至刻度,摇匀。于暗处放置10 min。在白色背景下观察,所呈暗色不得深于标准。

标准是取1.00 mL铅标准溶液,置于50 mL比色管中,加水至体积为25 mL,与试验溶液同时同样处理。

5 检验规则

5.1 工业金属钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的

工业金属钠产品都符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、净重、批号或生产日期、出厂日期、产品质量符合本标准的证明以及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的工业金属钠进行验收。

5.3 每批产品不超过4 t。

5.4 从每一批产品的5%包装单元中采样,至少不得少于两个采样单元。

采样时,从每桶中任意选取一块金属钠,用刀迅速切取(切取量不得少于50 g)。取样总量不少于200 g。分装预先注入15号白油的两个清洁、干燥的瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,一瓶保存三个月备用。

5.5 如检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验。核验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.7 本标准采用 GB 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装桶上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、出厂日期和本标准编号,以及按 GB 190规定的标志10“遇湿易燃物品”标志和 GB 191规定的标志3“向上”标志、标志6“怕湿”标志。

6.2 工业金属钠采用三层包装,内包袋采用二层聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸:1 200 mm×700 mm,厚度为0.08~0.1 mm;外包装采用专用密封全开口铁桶,规格尺寸为直径 ϕ 415 mm 高630 mm,厚度为1 mm。

工业金属钠包装时,先将钠锭浸涂15号白油后,装入衬有二层聚乙烯塑料薄膜袋的专用密封全开口铁桶内,将袋内余气排除,用维尼龙绳分层扎紧袋口(捆扎方式:捆扎一次后折过去再捆扎一次),盖好桶盖,用发泡耐油橡胶垫圈密封。用卡紧圈卡紧,用 T 型铁销子销好。工业金属钠每桶净重40 kg。

6.3 工业金属钠运输时,必须用密闭的运输工具,严防有水进入包装桶内。运输中注意防水、防热、防撞击,远离易燃物,装有金属钠的桶禁止横放或倒置。

6.4 工业金属钠应贮存于通风、干燥防火的库房内。库内地面应高于室外地面,库内不得装水管、暖气,屋顶门窗不得进水。仓库内要留有检查搬运的通道,并备有必要的消防器材。注意防潮、防热、防击、远离易燃物。

6.5 在符合本标准贮存运输条件下,从出厂日期起,工业金属钠产品贮存期为1年。

7 安全要求

7.1 工业金属钠具有强烈的化学活性。能与许多金属或非金属直接化合。在空气中急速氧化。遇水剧烈作用,引起燃烧爆炸。与皮肤接触易引起烧伤。钠落在眼睛内及粘膜上有危险。

7.2 工业金属钠严禁与水接触。金属钠样品必须存在15号白油中,不能与空气接触。在干燥的空气中,当温度达115℃以上时会自燃。

7.3 凡与金属钠接触的操作人员,必须遵守下列规则:

在使用金属钠时必须遵守安全规程。操作人员必须穿着符合标准规范的工作服,戴眼镜、面罩、橡胶手套,以免与皮肤接触引起烧伤。

7.4 所有涉及金属钠的工作应在通风良好、洁净、干燥、开阔的场所进行。

7.5 在发生火灾的情况下,可使用干沙、干粉、石棉布灭火。不允许使用水及泡沫、酸碱、四氯化碳、二氧化碳灭火器灭火。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、北京化工四厂负责起草。

本标准主要起草人刘淑英、时洁、王淑莉、赵明善。

本标准参照采用苏联国家标准 ГОСТ 3273—75 (有效期自1977-01-01~1992-01-01)《工业金属钠》。