

宁波市石油和化工行业协会标准

T/NPCA 05—2024

酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐

Crude sodium carbonate produced by
transesterification method of dimethyl carbonate

2024 - 12 -25发布

2025- 01 -25实施

宁波市石油和化工行业协会

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宁波市石油和化工行业协会提出。

本文件由宁波市石油和化工行业协会归口。

本文件起草单位：宁波大风江宁新材料科技有限公司、浙江石油化工有限公司、浙江凤登绿能环保股份有限公司、舟山市鱼山石化工程有限公司。

本文件主要起草人：陶丹瑜，陈齐巧，王行环，陈尔芬，郑焱焱，贾海军，夏荣立，李源泉，陈建鹏，张栓，章磊，黄关火。

酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

1 范围

本文件规定了酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐的要求、试验方法、检验规则、标志及随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于环氧丙烷或环氧乙烷为原料，经酯交换法生产碳酸二甲酯副产制得的粗碳酸钠盐。该产品主要用作水煤浆工艺成浆剂和污水处理碳源添加剂，也可用于陶土、水泥等建筑材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/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

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 10454 集装袋

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐应符合表1所示的技术要求，并按表1规定的试验方法进行测试。

表1 技术要求

序号	项目	指标	
		I型	II型
1	外观	灰白至灰色粉状或块状物	白色至淡黄色粉状或块状物
2	总碱量（以 Na_2CO_3 计，以湿基计）， ω /%	≥ 40.0	

表1（续） 技术要求

3	水分, $\omega/\%$	≤ 20.0	
4	1,2-丙二醇, $\omega/\%$	≤ 40.0	/
5	乙二醇, $\omega/\%$	/	≤ 40.0
I型为环氧丙烷为原料制得的本产品, II型为环氧乙烷为原料制得的本产品。			

5 试验方法

5.1 一般规定

本文件所用的试剂和水, 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。试验中所用标准滴定溶液、试剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观的测定

取适量样品, 在自然光或日光灯下目视观察。

5.3 总碱量(以 Na_2CO_3 计, 以湿基计)的测定

5.3.1 方法提要

以溴甲酚绿-甲基红为指示剂, 用盐酸标准滴定溶液滴定。

5.3.2 试剂或材料

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

5.3.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

5.3.3 试验步骤

称取约 2 g 试样, 精确到 0.1 mg, 置于锥形瓶中, 用 50 mL 水溶解, 加 6 滴~10 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色变为暗红色, 煮沸 2 min。冷却后若不变色即为终点; 若暗红色褪去, 继续滴定至暗红色为终点。

同时做空白试验。

5.3.4 结果计算

总碱量以碳酸钠 (Na_2CO_3) 的质量分数 ω_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{C[(V-V_0)/1000]M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

M ——碳酸钠 ($1/2 \text{ Na}_2\text{CO}_3$) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=52.99$) ;

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

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应大于1.0%。

5.4 水分的测定

按 GB/T 6283 规定的方法进行。

取两次平行测定结果的最大值为测定结果。

5.5 1,2-丙二醇/乙二醇的测定

5.5.1 方法提要

取适量样品溶于乙醇。在选定的色谱操作条件下，使样品汽化后经色谱柱分离，氢火焰离子化检测器检测，外标法定量得到 1,2-丙二醇/乙二醇的含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氮气：体积分数不小于 99.99%。

5.5.2.2 氢气：体积分数不小于 99.99%。

5.5.2.3 空气：经活性炭、硅胶和分子筛净化、干燥。

5.5.2.4 乙醇，色谱纯，含水量低于 0.02%。

5.5.2.5 1,2-丙二醇，色谱纯。

5.5.2.6 乙二醇，色谱纯。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID），整机灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中有关规定。

5.5.3.2 色谱工作站：色谱数据处理机或带色谱工作软件的计算机。

5.5.3.3 进样注射器：10 μ L。

5.5.3.4 容量瓶：100 mL。

5.5.3.5 分析天平：感量 0.1 mg。

5.5.4 色谱柱及典型操作条件

推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项目	参数
色谱柱	30 m×0.32 mm×0.25 μ m（柱长×柱内径×液膜厚度）
固定相	100% 二甲基聚硅氧烷
柱温 / $^{\circ}$ C	初始 80 $^{\circ}$ C，保持 1 min；升温速度 20 $^{\circ}$ C/min，升温至 140 $^{\circ}$ C，保持 5 min；升温速度 20 $^{\circ}$ C/min，升温至 220 $^{\circ}$ C，保持 2 min
汽化室温度 / $^{\circ}$ C	240
检测器温度 / $^{\circ}$ C	300
柱载气（N ₂ ）流量 /（mL/min）	4
氢气流量 /（mL/min）	30

表2（续） 推荐的色谱柱和色谱操作条件

空气流量 / (mL/min)	300
尾吹气 (N ₂) 流量 / (mL/min)	25
进样量 / μL	1
分流比	25:1

5.5.5 分析步骤

5.5.5.1 标准曲线绘制

5.5.5.1.1 标准溶液配制：分别称取 1,2-丙二醇（5.5.2.5）或乙二醇（5.5.2.6）2 g，4 g，6 g，8 g，10 g，用乙醇配成 100 g 混合溶液，得到质量分数为 2%，4%，6%，8%，10% 的 1,2-丙二醇标准溶液或乙二醇标准溶液。

5.5.5.1.2 在选定的色谱分析条件下进样分析，得到 1,2-丙二醇或乙二醇的标准曲线。

5.5.5.2 样品分析

称取约 2 g 试样，精确到 0.1 mg，记为 m_1 。加入约 8 g 乙醇并称量试样与乙醇的总重，精确到 0.1 mg，记为 m_2 。样品充分摇匀后静置分层，取上清液在选定的色谱分析条件下进样分析，在标准曲线上查出其对应组分的浓度。

5.5.5.3 结果计算

5.5.5.3.1 所测组分的含量 ω_2 ，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{\omega \times m_2}{m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 ω —— 标准曲线上查得的组分浓度，%；
 m_1 —— 5.5.5.2 试样质量量的数值，单位为克（g）；
 m_2 —— 5.5.5.2 试样与乙醇混合溶液质量的数值，单位为克（g）。

5.5.5.3 取两次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应大于 0.5%。

6 检验规则

- 6.1 表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
- 6.2 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批，但若干个生产批构成一个检验批的总量不超过 100 吨。
- 6.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行，所采试样总量不得少于 1 kg。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥的 500 mL 玻璃瓶或者密封袋中，贴上标签并注明：产品名称、批号、生产日期、采样人姓名。一瓶供质量检验用，另一瓶保存备查。
- 6.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本文件的要求时，应自两倍量的包装袋中采样进行检验。重新检验的结果只要有一项指标不符合要求，则整批产品不合格。

7 标志和随行文件

7.1 标志

产品包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：

- a) 产品名称、商标和型号；
- b) 生产厂名称及地址；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净重量；
- e) 本文件编号；
- f) GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

7.2 随行文件

生产厂应保证每批出厂的产品各项指标符合本文件的要求，并应附有一定格式的质量证明书，其内容至少包括：

- a) 生产厂名称及地址；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本文件编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐应使用符合 GB/T 10454 规定的集装袋包装。集装袋内部覆膜或使用聚乙烯内袋。上下端捆扎牢固或用其他相当的方式封口，或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。

8.2 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，受潮。运输工具应清洁、干燥，尽量采用集装托盘装卸和运输，不得与酸类混运。

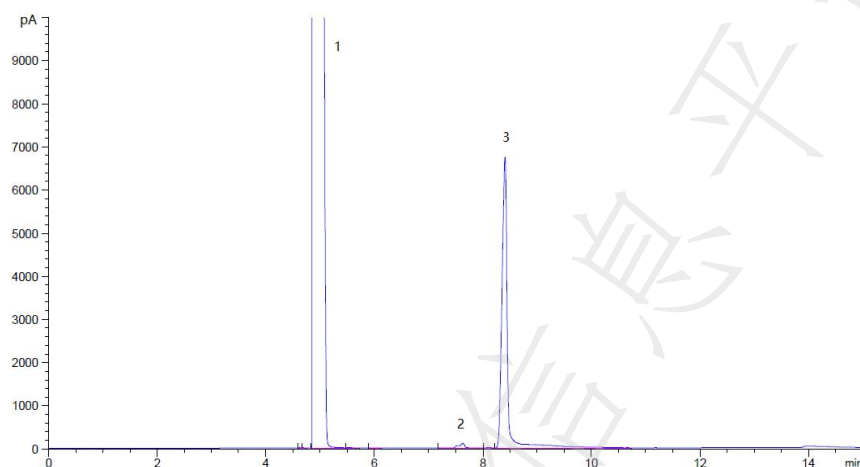
8.3 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐应贮存在通风、干燥处，防止雨淋、受潮，远离火种、热源和酸性物质。

附录 A

(资料性)

A.1 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐的典型色谱图

A.1.1 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐 (I 型) 的典型色谱图见图 A.1。



说明:

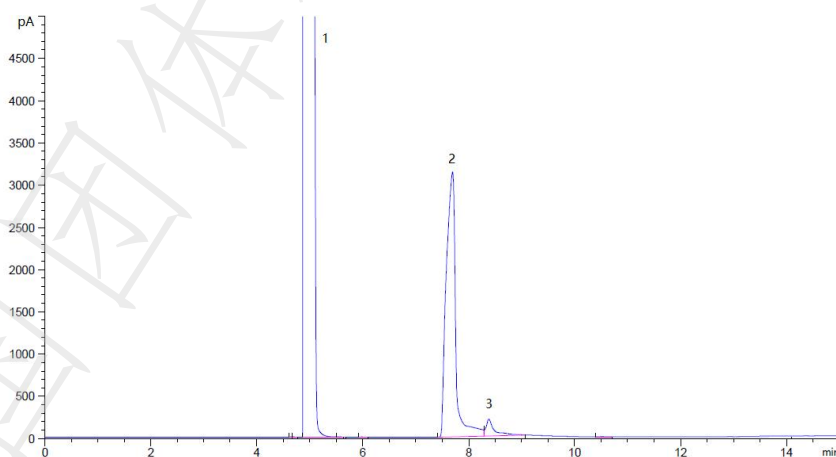
1——乙醇 (溶剂);

2——未知物;

3——1,2-丙二醇。

图 A.1 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐 (I 型) 的典型色谱图

A.1.2 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐 (II 型) 的典型色谱图见图 A.2。



说明:

1——乙醇 (溶剂);

2——乙二醇;

3——未知物。

图 A.2 酯交换法制碳酸二甲酯副产粗碳酸钠盐 (II 型) 的典型色谱图