ICS 71.080
CCS G 17

C I E S C

中 国 化 工 学 会 团 体 标 准

T/CIESC ××××-2022

工业用二甲基二硫醚

Dimethyl disulfide for industrial use

（征求意见稿）

xxxx-xx-xx 发布　　xxxx-xx-xx 实施

中国化工学会 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这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

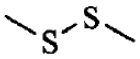
工业用二甲基二硫醚

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规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业用二甲基二硫醚的技术的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存。本文件适用于以甲醇与硫化氢为原料制得的二甲基二硫醚产品。

分子式：$C_2H_6S_2$

结构式： 

相对分子质量：94.19(按 2018 年国际相对原子质量）

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本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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6283 化工产品中水分的测定 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

工业用二甲基二硫的技术要求见表 1。

表 1　工业用二甲基二硫的技术要求

项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
外观		无色或浅黄色液体		
二甲基二硫，*w*/%	≥	99.9	99.8	99.5
甲硫醇，*w*/%	≤	0.02	0.05	0.1
甲硫醚，*w*/%	≤	0.05	0.1	0.1
水分，*w*/%	≤	200	200	600
二甲基三硫化物、二甲基四硫化物，*w*/%	≤	0.05	0.1	0.15
硫含量，*w*/%	≥	68	68	68
蒸发残留物，*w*/%	≤	0.001	0.003	0.005

5　试验方法

警示——试验方法规定的一些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。

5.1　一般规定

本文件除另有规定，所有试剂均为分析纯，试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 之规定制备。试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

5.2　外观

在日光或日光灯照射下直接目测。

5.2.1　原理

二甲基二硫醚中溶解有其它含硫有机化工产品，而这些含硫有机化工产品本身具有较深的颜色，利用比色法，在规定条件下，相对测定含硫有机化工产品含量。

5.2.2　仪器和试剂

5.2.2.1　比色管：容量 100 mL，无色透明玻璃材质，管壁均匀，具有刻度并带有玻璃磨口塞。

5.2.2.2　蒸馏水：制备符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

5.2.3　测定步骤

准备两支 100 mL 清洁、干燥的比色管，取 100 mL 试样注入一支比色管中，再另一只比色管中加入 100 mL 蒸馏水，在室温下，在日光或日光灯照射下，正对白色背景，轴向观察，比较试样与蒸馏水的颜色。

5.3　二甲基二硫、甲硫醇、甲硫醚、二甲基三硫、二甲基四硫的测定

按附录 A 的规定进行测定。

5.4　水分含量的测定

按GB/T 6283 规定进行测定。

5.5　硫含量的测定

5.5.1 原理

根据5.3测定的结果，以二甲基二硫及各组分的纯度与硫元素在二甲基二硫及各组分分子中的占比关系求硫含量。

5.5.2 结果计算

硫含量（w）的数值以%表示，按式（1）计算：

$$w=\sum\frac{m_i}{M_i}\times w_i\times 100\% \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m_i ——每摩尔组分i中硫的质量；

M_i ——组分i的摩尔质量；

w_i ——化合物i的质量分数。

5.6 蒸发残留物

按GB/T 6324.2 规定进行测定。

6 检验规则

6.1 检验项目

本文件第 4 章的全部项目为型式检验项目，其中外观、二甲基二硫为出厂检验项目。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

a）首次生产时；

b）主要原材料或工艺方法有较大改变时；

c）正常生产满一年时；

d）停产半年以上，恢复生产时；

e）出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；

f）质量监督机构提出要求或供需双方发生争议时。

6.2 组批

在相同生产条件下，以同样原料、同一精馏批次所产生的产品为一组批。

6.3 抽样

产品采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行，样本总量不少于 1000 mL。经所抽样本混匀后分装于两个清洁干燥的磨口玻璃瓶中，盖好封严。瓶上黏贴标签，并注明：产品名称、批号、取样日期、取样人。其中一瓶做检验用，另一瓶做留样备查。

6.4 判定

检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品包装上应有牢固清晰的标志[1)]，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、本文件编号、生产日期或产品批号、中文警示说明或警示标志等内容。

7.2 包装

产品应采用清洁的塑料桶密封包装，或按用户要求协商确定。

7.3 运输

产品在运输时应符合国家相关化工产品陆路和水路运输的规定，产品在运输过程中应保持桶直立，严防倒置，并应注意轻装、轻卸，防止日晒、雨淋和磕碰。

7.4 贮存

产品应储存在洁净、干燥、荫凉通风的仓库，密闭保存。远离火源和热源，防止阳光直射，并应与氧化剂、酸碱类物质分开存放。

1） 工业用丁二酸二甲酯安全部分的内容见附录 B。

附　录　A
（规范性）
二甲基二硫、甲硫醇、甲硫醚、二甲基三硫、二甲基四硫的测定

A.1　原理

以非极性固定相分离产品中各组分，用氢火焰离子化检测器（FID）检测，得到各组分的色谱峰，以保留时间定性，以面积归一化法定量。

A.2　试剂或材料

A.2.1　氮气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。
A.2.2　氢气：体积分数不小于 99.99%，经硅胶和分子筛干燥、净化。
A.2.3　空气：经硅胶和分子筛干燥、净化。

A.3　仪器和设备

A.3.1　气相色谱仪：应配有氢火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。
A.3.2　色谱工作站。
A.3.3　微量进样器：10μ L。

A.4　试验条件

推荐的色谱柱和典型操作条件参见表A.1。典型色谱图见图A.1，各组分保留时间见表A.2。其他能达到同等分离效果的色谱柱及操作条件均可使用。

表 A.1　色谱柱及典型操作条件

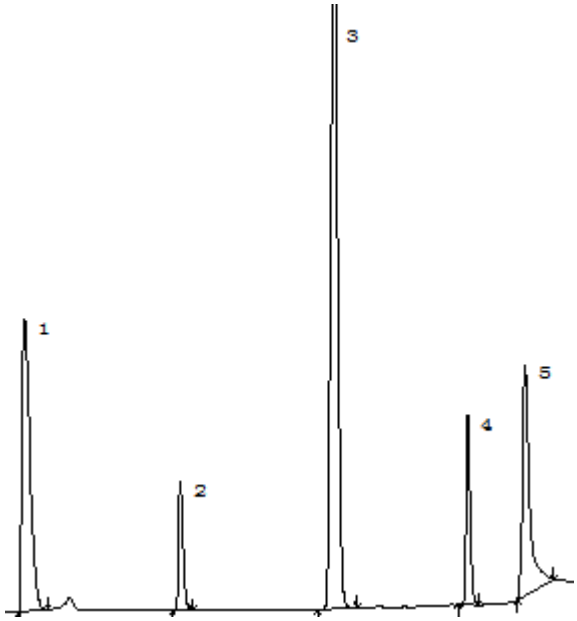
项　目	参　数
色谱柱固定相	毛细柱，固定相为 100%聚乙二醇
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.53mm×1μ m
柱温/℃	初始柱温 50℃，保持 2 min，以 20℃/min 的速度升至 200 ℃，保持 5 min；
进样口温度/℃	200
检测器温度/℃	250
载气(N_2)流量/（mL/min）	8
空气流量/（mL/min）	400
氢气/（mL/min）	50
载气总流量/（mL/min）	251
分流比	30∶1
进样量/μL	1

A.5 试验步骤

A.5.1 打开气相色谱仪，至基线平稳。

A.5.2 用微量进样针移取样品 1μ L 进样，进行分析，利用面积归一法得出各组分含量。

A.5.3 二甲基二硫典型气相色谱图如图 A.1 所示。



标引说明：

1——甲硫醇；

2——甲硫醚；

3——二甲基二硫醚；

4——二甲基三硫醚；

5——二甲基四硫醚。

图A.1 工业用二甲基二硫醚典型色谱图

各组分保留时间见表A.2。

表A.2 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	甲硫醇	1.403
2	甲硫醚	1.791
3	二甲基二硫醚	5.340
4	二甲基三硫醚	8.115
5	二甲基四硫醚	11.263

A.6 结果计算

二甲基二硫醚的含量（w_1），以%（质量分数）表示，按式（A.1）计算：

$$w_1 = 100 - \sum w_i \qquad \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

w_i——二甲基二硫醚中其他杂质组分 i 的含量，%。

其他杂质组分的含量（w_i），按式（A.2）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (1 - w_0) \qquad \cdots\cdots\cdots\

附　录　B
（资料性）
安全

B.1　工业用二甲基二硫醚熔点：-84.7℃，沸点:109.6℃，闪点：16℃，引燃温度：300℃，不溶于水，可混溶于醇、醚等。为易燃易爆液体，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热能引起燃烧爆炸。与氧化剂接触发生化学反应或引起燃烧。在火场中，受热的容器有爆炸危险。蒸气比空气重，沿地面扩散并易积存于低洼处，遇火源会着火回燃。

B.2　吞咽会中毒；引起皮肤刺激；引起眼睛刺激；长期或反复接触可致器官损害；对水生生物有毒并且有长期持续影响；吸入会中毒。

B.3　应急处理人员应戴携气式呼吸器，穿防静电服，戴橡胶耐油手套。禁止接触或跨越泄漏物。作业时使用的所有设备应接地。尽可能切断泄漏源。消除所有点火源。根据液体流动和蒸气扩散的影响区域划定警戒区，无关人员从侧风、上风向撤离至安全区。