《工业用二甲基二硫醚》 编制说明

(征求意见稿)

编制单位:新疆广汇陆友硫化工有限公司 金浦新材料股份有限公司 成都德美工程技术有限公司 中国化工情报信息协会

编制日期: 2021年12月

《工业用二甲基二硫醚》

编制说明

一、任务来源

(一) 任务来源

根据中国化工学会化会学(2021)第 037 号《关于〈2,3-二氯-5,三氟甲基吡啶〉等 18 项团体标准立项的通知》的要求,在 2022 年完成《工业用二甲基二硫醚》团体标准的制定工作。本标准由中国化工学会提出并归口,由新疆广汇陆友硫化工股份有限公司、金浦新材料股份有限公司、成都德美工程技术有限公司和中国化工情报信息协会为主要标准起草单位。

(二)标准制定的目的和意义

工业用二甲基二硫醚为无色或微黄色液体,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。主要用于有机合成。二甲基二硫(DMDS)是农药和染料中间体,是倍硫磷、灭梭威、甲基磺酸、甲基磺酰氯的原料,在石油工业中用作触媒钝化剂,如铂重整装置中用于铂铼触媒钝化剂,乙烯裂解炉结焦抑制剂、加氢脱硫和预硫化过程的活化剂;橡胶液态硫化剂,固化剂 DADMT原料和有机溶剂。从而,二甲基二硫在化工、石油领域中具有广泛的用途,其需求量也日益增多。

当前各二甲基二硫醚生产企业根据自己的生产实际,制定各自的分析方法及技术要求,下游产品的多样性,对二甲基二硫的杂质成分及杂质含量的要求各不相同,这使得二甲基二硫的分析方法及技术要求比较混乱。因此有必要针对二甲基二硫分析方法及技术要求制定相关标准。

研究表明,二甲基二硫醚(DMDS)的质量指标直接影响其应用性能,随着需求量的扩大,提高质量是抵御市场竞争的唯一出路,下游产品对二甲基二硫醚(DMDS)质量提出了更高的要求,但目前国内并无此产品的国家标准及行业标准,各生产企业制定了自己的企业标准,产品质量不统一,检测方法不统一,容易给消费者带来误区。标准的制定不仅统一规范了二甲基二硫醚(DMDS)的试验方法和标准,还能促进行业高质量发展,更有利于中国企业以更高的标准参与到国际竞争中。。

二、起草工作简要过程

按照中国化工学会标准制修订程序的要求,《工业用二甲基二硫醚》团体标准的编制完成了以下工作:

(一) 资料的收集

在标准编制过程中,起草工作组收集了以下资料:

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6283 化工产品中水分的测定 卡尔. 费休法(通用方法)

GB/T 6678 化工产品采样总则

- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- 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

(二)标准的起草

- 1. 2021年5月至2020年8月,项目组完成标准的前期预研工作,联系工业用二甲基二硫醚生产企业、科研单位以及下游用户等,对工业用二甲基二硫醚标准化的有关问题进行调研和分析。
- 2. 2021年9月,召开标准启动会,成立起草工作组,正式启动《工业用二甲基二硫醚》的团体标准编制工作,根据启动会企业代表意见,修改完成《工业用二甲基二硫醚》工作组第一稿。
- 3. 2021 年 10 月至 12 月,工作组成员根据启动会讨论内容和要求,开展验证试验,按照标准指标项要求,开展了产品指标数据验证试验,并在此基础上统一各方意见,形成标准征求意见稿。

(三) 主要参加单位和工作组成员

标准牵头单位为新疆广汇陆友硫化工股份有限公司和中国化工情报信息协会,工作组成员包括新疆广汇陆友硫化工股份有限公司、金浦新材料股份有限公司、成都德美工程技术有限公司中国化工情报信息协会。

标准主要编写人员为:

| 成员姓名 | 所在单位 | 专业方向 | 邮箱 |
|------|-------------|------|---------------------|
| 葛盛才 | 金浦新材料股份有限公司 | 化工设计 | gsc@@gpro.com.cn |
| 张佩祥 | 金浦新材料股份有限公司 | 化工工艺 | pxzhang@gpro.com.cn |
| 沙玉英 | 金浦新材料股份有限公司 | 化工工艺 | syy@gpro.com.cn |

三、编写原则和确定标准主要内容的依据

(一) 标准的编写原则

本标准的制定参照国内外工业用二甲基二硫醚生产、使用的相关资料,同时参考国内企业的相关要求,引进生产的先进理念,充分考虑国内相关的法规、标准要求,结合国内企业的实际情况,以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

- 1. 确保工业用二甲基二硫醚产品使用安全: 随着人们生活水平的提高,以及近年来安全的事件时有发生,人们越来越重视安全锁恒产。人们希望所在单位和部门不再发生安全事故,对人员造成危害,消除生产安全隐患。因此,生产安全是首要的原则。
- 2. 标准要具有科学性、先进性和可操作性: 科学性是指新标准的指标值确定应有充分依据,新标准有利于新产品开发,有利产品质量的提高;先进性是指新标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准;可操作性是指标准不能脱离我国国情,有70%企业能做到,30%企业需要经过努力才能做到。
- 3. 与相关标准法规协调一致:与现有的相关标准,包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法规要相一致。

4. 促进行业健康发展与技术进步。制定工业用二甲基二硫醚团体标准,是我国工业用二甲基二硫醚行业以及使用单位一项重大举措,是从对最终产品的被动管控专项对整个生产过程实施主动标准化管控的标志。

(二)确定标准主要内容的依据

1. 范围

《工业用二甲基二硫醚》团体标准(征求意见稿)规定了工业用二甲基二硫醚的技术要求、试验方法、 检验规则、标志、包装、运输和贮存等内容。

《工业用二甲基二硫醚》团体标准(征求意见稿)适用于以甲醇与硫化氢为原料制得的二甲基二硫醚产品。

2. 规范性引用文件

说明了在《工业用二甲基二硫醚》团体标准制定中引用的标准和其他参考文件。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。

3. 要求

检验项目的设定参照国内外企业产品的性能指标、下游客户的使用要求、生产企业的实验数据(见实验报告)等资源,确定了外观、二甲基二硫、甲硫醚、甲硫醇、水份、二甲基三硫化物、二甲基四硫化物、硫含量等技术要求。具体如表 1 所示:

表 1 工业用二甲基二硫醚技术指标

| | 指 标 | | | |
|----------------------|--------|--------|---------|--------|
| 项 目 | 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/% | \leq | 0.02 | 0. 05 | 0. 1 |
| 甲硫醚, w/ % | \leq | 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/% | \leq | 0. 001 | 0. 003 | 0. 005 |

- 4. 试验方法
- 1) 外观的测定

在自然光线或日光灯下目测。

2) 二甲基二硫、甲硫醇、甲硫醚、二甲基三硫化物、二甲基四硫的测定

《工业用二甲基二硫醚》团体标准(征求意见稿)第 5.3 中规定了对二甲基二硫、甲硫醇、甲硫醚、二甲基三硫化物、二甲基四硫的测定方法。

3) 水份的测定

按 GB/T 6283 的规定进行测定。

4) 硫的测定

《工业用二甲基二硫醚》团体标准(征求意见稿)第5.5中规定了对硫的测定方法。

5) 蒸发残留物

按 GB/T 6324.2 规定进行测定。

- 5. 检验规则
- 1) 检验分类

工业用二甲基二硫醚产品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。

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。

3) 采样

产品采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行,样本总量不少于 1000mL。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。

4) 结果判定

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。

6. 标志、包装、运输、贮存

工业用二甲基二硫醚产品的标志、包装、运输、贮存应符合相关规定。

四、技术经济分析论证和预期的经济效益

本标准的制定,有助于进一步规范行业秩序,提升行业质量水平,促进行业技术水平的不断提升。标准实施后有助于增强行业的国际竞争力。本标准颁布实施后,将为工业用二甲基二硫醚产品的生产企业和应用单位提供统一的质量要求和检测方法,对产品的判别提供有效参考,从而避免很多由产品质量引发的

供需纠纷。同时,新标准还可以起到指导生产企业改进工艺,提高产品质量的作用。通过产品质量的提高,为其下游产品的生产提供优质的原材料,为相关产品的生产提供帮助。

五、采用国际标准和国外先进标准情况及水平对比

起草单位对国内外标准资料进行了收集工作,目前未检索到有关工业用二甲基二硫醚的国外标准。

六、与现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

该标准严格遵循国务院印发的《深化改革标准化工作改革方案》(国发[2015]13号)中关于培育和发展团体标准的各项改革措施要求。同时,与国家标准化管理委员会修改标准化法和《关于培育和发展团体标准的指导意见》相协调,从而确保该标准可为相关法律法规的制定和实施提供支撑。

该标准在制定过程中,以尽量直接引用的方式与相关现行标准实现协调和衔接。

七、贯彻实施标准的措施和建议

本标准制定后,将统一各生产企业的产品质量标准,希望各生产企业严格执行标准的要求,共同维护行业的发展,建议本标准在发布之日起半年内实施。

八、其它应予以说明的事项

无。

附录 A 工业用二甲基二硫醚实验报告

- 1. 工业用二甲基二硫醚的测定
- 1)由新疆广汇陆友硫化工有限公司根据标准中提供的计算公式,对工业用二甲基二硫醚产品开展的相关测定,得出的相关数据。

| | 표·· | 也点 甲硫醇% | 田 花 而坐0/ | 二甲基二 | 二甲基三硫+ | →k /1 ₋ | 蒸发残渣% |
|----|--------|---------|----------|---------|--------|--------------------|--------|
| 序号 | 取样地点 | | 甲硫醚% | 硫% | 二甲基四硫% | 水 mg/kg | |
| 1 | V2406D | 0.001 | 0.002 | 99. 984 | 0.003 | 0.01 | 0.0008 |
| 2 | V2406C | 0.001 | 0.001 | 99. 985 | 0.003 | 0.01 | 0.0007 |
| 3 | V2406C | 0.001 | 0.001 | 99. 984 | 0.004 | 0.01 | 0.0008 |
| 4 | V2406D | 0.002 | 0.001 | 99. 981 | 0.006 | 0.01 | 0.0007 |
| 5 | V2406C | 0.001 | 0.001 | 99. 983 | 0.005 | 0.01 | 0.0006 |
| 6 | V2406D | 0.001 | 0.001 | 99. 976 | 0.012 | 0.01 | 0.0008 |
| 7 | V2406C | 0.001 | 0.001 | 99. 98 | 0.008 | 0.01 | 0.0006 |
| 8 | V2406D | 0.001 | 0.001 | 99. 979 | 0.009 | 0.01 | 0.0005 |
| 9 | V2406C | 0.002 | 0.001 | 99. 978 | 0.009 | 0.01 | 0.0006 |
| 10 | V2406D | 0.001 | 0. 001 | 99. 980 | 0.008 | 0. 01 | 0.0006 |
| 11 | V2406D | 0.001 | 0.001 | 99. 981 | 0.007 | 0.01 | 0.0005 |

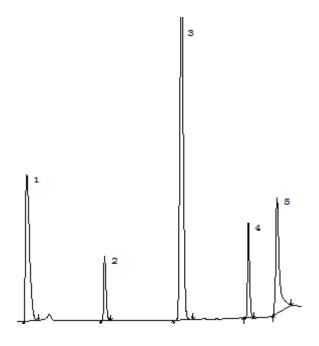
2)由金浦新材料股份有限公司根据标准中提供的计算公式,对工业用二甲基二硫醚产品开展的相关测定,得出的相关数据。

| 序号 | 样品名称 | 外观 | 二甲基二 硫醚,w/% | 甲硫醇,w/% | 甲硫醚, w/% | 水, mg/kg | 二甲基三硫化物、二甲基四硫化物,w/% |
|----|--------|-------------|----------------|---------|----------|----------|---------------------|
| 1 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 360 | 0. 0084 |
| 2 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 97 | 未检出 | 未检出 | 360 | 0. 0276 |
| 3 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 98 | 未检出 | 未检出 | 370 | 0. 0126 |

| | 1 | | 1 | Т | Т | | , |
|----|--------|-------------|--------|---------|-------|-----|---------|
| 4 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 98 | 未检出 | 未检出 | 270 | 0. 013 |
| 5 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 98 | 未检出 | 未检出 | 350 | 0. 0134 |
| 6 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 360 | 0. 0098 |
| 7 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 98 | 未检出 | 未检出 | 240 | 0. 0151 |
| 8 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 98 | 未检出 | 未检出 | 300 | 0. 0123 |
| 9 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 96 | 未检出 | 未检出 | 300 | 0. 0405 |
| 10 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 92 | 未检出 | 未检出 | 180 | 0. 0784 |
| 11 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 98 | 未检出 | 未检出 | 320 | 0. 0114 |
| 12 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 95 | 未检出 | 未检出 | 400 | 未检出 |
| 13 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 450 | 0. 0061 |
| 14 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 95 | 未检出 | 未检出 | 300 | 0. 043 |
| 15 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 0.008 | 未检出 | 450 | 未检出 |
| 16 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 87 | 0. 0427 | 0.834 | 470 | 未检出 |
| 17 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 290 | 0. 0035 |
| 18 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 270 | 0. 0041 |
| 19 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 410 | 0. 0041 |

| | | 明液体 | | | | | |
|----|--------|-------------|--------|-----|-----|-----|---------|
| 20 | 二甲基二硫醚 | 浅黄色透 明液体 | 99. 99 | 未检出 | 未检出 | 270 | 0. 0066 |

- 2. 工业用二甲基二硫醚产品的纯度测定
- 1)由新疆广汇陆友硫化工股份有限公司对工业用二甲基二硫醚产品的纯度开展的相关测定,得出的相关数据。
 - 二甲基二硫典型气相色谱图:



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。

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 |

2) 由金浦新材料股份有限公司对工业用二甲基二硫醚产品的纯度开展的相关测定,得出的相关数据。

