

# 中华人民共和国国家标准

## 液体二氧化硫

Liquid sulphur dioxide

GB/T 3637-93

代替 GB 3637-83

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了液体二氧化硫的技术要求、试验方法、检验规则,以及对标志、包装、运输、贮存和安全的  
的要求。

本标准适用于工业用液体二氧化硫。该产品主要用于制造亚硫酸盐以及用作锦纶、染料、合成洗涤剂  
等有机合成工业的原料,还可以用作冷冻剂,防腐剂等。

分子式:SO<sub>2</sub>

相对分子质量:64.06(按1989年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用的制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 7144 气瓶颜色标记

GB 10478 液化气体铁道罐车技术条件

GB 12268 危险货物品名表

### 3 技术要求

液体二氧化硫应符合下列要求:

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外 观	无色或略带黄色的透明液体		
二氧化硫(SO <sub>2</sub> ), %	≥ 99.97	99.90	99.60
残渣, %	≤ 0.010	0.040	0.20
水分, %	≤ 0.020	0.060	0.20
砷(As) <sup>1)</sup> , %	≤ 0.000 004	—	—

注: 1) 对以硫磺为原料直接生产的液体二氧化硫应检测砷。在生产正常情况下,每季度检测一次。

国家技术监督局1993-08-19批准

1994-07-01实施

4 试验方法

本标准中所用的试剂和水,除特殊规定外,均为分析纯试剂和符合 GB 6682 规定的三级水。

4.1 外观

用目视法测定。

4.2 二氧化硫含量的测定

4.2.1 方法提要

本标准用扣除杂质(残渣、水分、砷)含量总和的方法,以计算得液体二氧化硫的含量。

4.2.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的液体二氧化硫含量( $X_1$ )按式(1)计算:

$$X_1 = 100 - (X_2 + X_3 + X_4) \dots \dots \dots (1)$$

式中:  $X_2$ ——按 4.3 测定水分的质量百分数;

$X_3$ ——按 4.4 测定残渣的质量百分数;

$X_4$ ——按 4.5 测定砷的质量百分数。

4.3 水分的测定

4.3.1 取样

4.3.1.1 用钢瓶取样——仲裁法

a. 从液体二氧化硫钢瓶中取样:

用容量为 1 L 的采样小钢瓶连接到液体二氧化硫钢瓶出口处的采样管线上,连接处不得漏气。然后打开阀门,用二氧化硫气把小钢瓶中余气全部置换,再继续通气约 10 min 后取下钢瓶。

取下的钢瓶拧上直角型弯管(见图 1)。每次取样前,将带有螺帽的直角弯管放在 100~110℃ 烘箱里烘干。

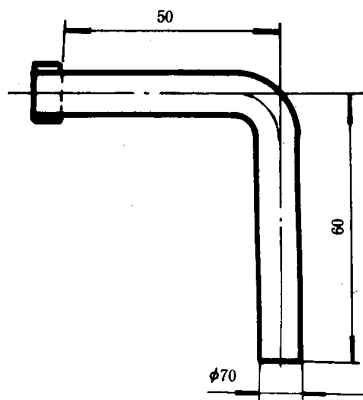


图 1 直角弯管

b. 从罐车灌装线上取样

液体二氧化硫用罐车装运时,可在生产厂灌装线上取样,取样装置按图 2 所示安装。

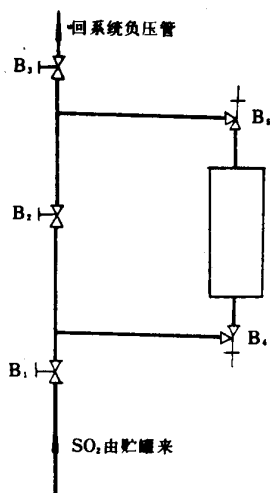


图 2 取样管线连接示意图

$B_1$ 、 $B_2$ 、 $B_3$ —操作阀门； $B_4$ 、 $B_5$ —钢瓶接头

图 2 所示是从罐车往小容量钢瓶内的取样装置，是由操作阀  $B_1$  和  $B_2$ 、 $B_3$  组成，钢瓶接头  $B_4$  和  $B_5$  也接在管线内。装置在不工作时，阀门  $B_1$ 、 $B_2$  和  $B_3$  应关闭。

当准备取样时，按图 2 所示的线路连接好钢瓶。取样前先把钢瓶阀门  $B_4$ 、 $B_5$  关闭住。然后依次打开阀门  $B_3$ 、 $B_2$  和  $B_1$ ，将管内残余气体用罐车来的二氧化硫置换完，然后关闭阀门  $B_2$ ，再打开钢瓶  $B_4$ 、 $B_5$ ，约 20 min 后（可见到钢瓶外白霜或水珠）依次关闭阀门  $B_5$ 、 $B_4$  和  $B_1$ ，打开  $B_2$  抽去管内剩余气体，再关闭阀门  $B_2$ 、 $B_3$ ，卸下钢瓶。

钢瓶取下后应固定于水平的位置，拧上焊有螺帽的直角弯管（见图 1）。每次取样前，将直角弯管放在  $100\sim 110^\circ\text{C}$  的烘箱里烘干。

#### 4.3.1.2 用玻璃瓶取样

打开钢瓶或罐车取样口，放掉取样管上的余气，排气数分钟后，用已烘干的 500 mL 细颈磨口玻璃瓶直接取样，当试样充满瓶子后迅速用磨口瓶盖盖好，防止二氧化硫逸出。

### 4.3.2 测定

#### 4.3.2.1 方法提要

同 GB/T 6283 第 2，第 3 章。

#### 4.3.2.2 试剂和材料

见 GB/T 6283 第 4.1、4.3、4.4、4.9、4.11、4.12 条。

#### 4.3.2.3 仪器

见 GB/T 6283 第 5.1 条。

#### 4.3.2.4 分析步骤

##### a. 卡尔·费休试剂的标定：

按 GB/T 6283 第 6.2.1 条进行操作。

##### b. 直接电量滴定法：

采用水分测定仪测定时，加 25 mL 甲醇于滴定容器中，用卡尔·费休试剂滴定甲醇中的痕量水至电流计产生与标定时同样的偏转并保持 1 min 不变为终点（不记录所消耗卡尔·费休试剂的体积）。在通风橱内，将精确至 0.1 g 已干燥的 100 mL 锥形瓶准备好，然后迅速称取液体二氧化硫 40 g（精确至 1.0 g）。并将其立即移入滴定容器中，用卡尔·费休试剂如上述标定操作滴定至终点。

## c. 目视法

采用目视法时,按 GB/T 6283 第 6 条进行。测定方法同上,溶液滴定至由黄色转变成琥珀色为终点。

## 4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分( $X_2$ )按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V \cdot T}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $V$ ——滴定试样时消耗的卡尔·费休试剂的体积, mL;

$T$ ——卡尔·费休试剂的水当量, mg/mL;

$m$ ——试样质量, g。

## 4.3.4 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:优等品不大于 0.002%,一等品不大于 0.002%,合格品不大于 0.02%。

## 4.4 残渣的测定

## 4.4.1 方法提要

试样在沸水浴中蒸干至无二氧化硫气味为止,然后在干燥器中冷却,称量。

## 4.4.2 仪器

## 4.4.2.1 水浴锅。

## 4.4.2.2 100 mL 锥形瓶。

## 4.4.3 分析步骤

在通风橱内,用已恒重(称量精确至 0.000 1 g)的锥形烧瓶迅速称取约 100 g 试样,精确至 1.0 g,放在沸水浴上蒸干,直至无二氧化硫气味逸出为止。蒸干后,用滤纸擦干锥形瓶外部水分,然后置于干燥器内冷却 30 min,称量,精确至 0.000 1 g。

## 4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的残渣含量( $X_3$ )按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $m_1$ ——瓶加残渣的质量, g;

$m_2$ ——空瓶的质量, g;

$m$ ——试样质量, g。

## 4.4.5 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:优等品不大于 0.002%,一等品不大于 0.002%,合格品不大于 0.02%。

## 4.5 砷含量的测定

## 4.5.1 方法提要

在盐酸介质中,金属锌将砷还原为砷化氢,砷化氢与溴化汞反应生成棕色砷斑,与标准色斑比较,以测定砷含量。

## 4.5.2 试剂和材料

## 4.5.2.1 无砷金属锌(GB 2304)。

- 4.5.2.2 盐酸(GB 622)。
- 4.5.2.3 碘化钾(GB 1272)溶液:150 g/L。
- 4.5.2.4 氯化亚锡(GB 638)溶液:400 g/L。将40 g 氯化亚锡(GB 638)溶解于100 mL 的浓度  $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol/L}$  的盐酸中。
- 4.5.2.5 乙酸铅(HG3—974):200 g/L 溶液。
- 4.5.2.6 乙酸铅棉花:用4.5.2.5 溶液将脱脂棉浸透,取出沥干,在室温下干燥,保存在密闭容器内。
- 4.5.2.7 溴化汞试纸,按 GB 603 制备。
- 4.5.2.8 砷标准溶液(1 mL 含砷  $10 \mu\text{g}$ ):按 GB 602 配制后稀释 10 倍使用。该溶液临用前配制。

4.5.3 仪器

定砷仪,如图 3 所示:

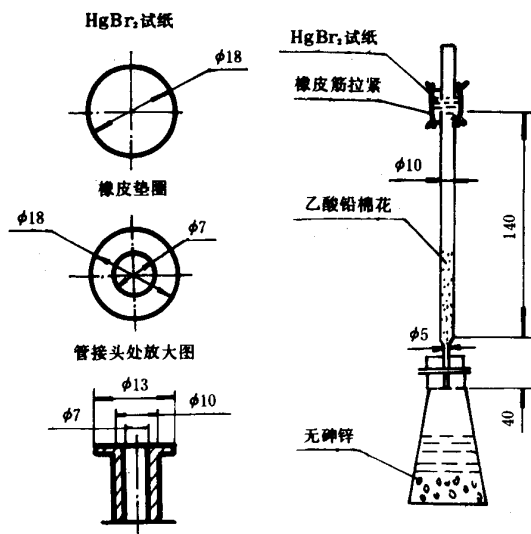


图 3 定砷仪

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 标准色斑的制作

分别吸取 0、0.20、0.40、0.60、1.00 mL 砷标准溶液,置于定砷仪的锥形瓶中,加入 5 mL 盐酸和 25 mL 的水,5 mL 碘化钾溶液及 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,静置 15 min,加入 2 g 无砷锌粒,迅速按图接好仪器,置于暗处,使反应进行 45 min。取出溴化汞试纸,并注明相应的砷质量,用熔融石蜡浸透,贮于干燥器中。

4.5.4.2 测定

在测定过残渣(4.4)的锥形瓶中进行砷含量的测定。以下分析步骤按 4.5.4.1 自“……加入 5 mL 盐酸”开始,至“……取出溴化汞试纸”为止,进行操作。将所得色斑与标准色斑比较,测得砷质量。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示砷的含量( $X_1$ )按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{m_3 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $m_3$ ——试样中砷斑相当于标准砷斑的含砷量,  $\mu\text{g}$ ;  
 $m$ ——试样质量, g。

## 5 检验规则

- 5.1 液体二氧化硫应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,保证出厂产品各项指标符合本标准要求。
- 5.2 每批装有液体二氧化硫的罐车或钢瓶都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称,产品名称,批号或生产日期,产品净重或件数,本标准号及产品合格证。
- 5.3 液体二氧化硫按批量抽查检验。以一天内灌装的钢瓶数作为一批,抽样钢瓶数量按每批钢瓶数量5%计,但不得少于二瓶,罐车取样按每一罐车为一个批量进行抽检。
- 5.4 使用单位有权按照本标准对所收到的液体二氧化硫进行验收。
- 5.5 按照 GB 1250 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准,但在计算液体二氧化硫含量时,残渣、水分、砷的质量百分数均取修约前的数值。
- 5.6 液体二氧化硫的取样,可在生产厂灌装口取样,也可在钢瓶或罐车出口处取样。
- 5.7 检验结果即使有一项指标不符合本标准要求,应重新以两倍的取样量进行检验,重新检验结果,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 充装液体二氧化硫的钢瓶颜色标记,见 GB 7144 第 5.1 条表 2 中序号 46,表面漆色为银灰色,并有明显的黑色“液体二氧化硫”字样;罐车标记见 GB 10478 第 10 条,罐体外表均涂银灰色和黄色的环形色带,并有明显的蓝色“液体二氧化硫”字样。
- 6.2 液体二氧化硫的钢瓶和罐车必须符合国家《气瓶安全监察规程》,以及危险货物运输规则的要求。
- 6.3 钢瓶或罐车灌装的液体二氧化硫量和压力要符合《气瓶安全监察规程》和液体二氧化硫的灌装量不得超过按充装系数为 1.23 kg/L 计算的充装量。
- 6.4 用户将空瓶或罐车返回生产厂时,钢瓶或罐车内按有关规定应留有余压,并不得低于 0.005 MPa。

## 7 安全要求

- 7.1 液体二氧化硫为强腐蚀性的、有毒的液化气体,根据 GB 12268 中规定,危险编号为 31008。其生产车间工作场所的空气中允许极限浓度为 10 mg/m<sup>3</sup>。
- 7.2 从事液体二氧化硫作业的人员应穿戴防护用品,在现场应配备过滤型防毒面具。  
发生事故时,必须使用隔离式防毒面具、橡胶工作服和橡胶手套。
- 7.3 采样前必须检查取样系统的完好性,并要观察风向,注意周围空气中二氧化硫的含量。检验时样品的转移必须在通风橱内进行。
- 7.4 当液体二氧化硫溅落到人体皮肤等部位时,应立即以大量的水冲洗受伤部位。二氧化硫中毒时,应立即将中毒者移出现场,置于新鲜空气中或送往医院抢救治疗。

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由南京化学工业(集团)公司研究院归口。

本标准由南京化学工业(集团)公司研究院负责起草。

本标准主要起草人陈春松,赵亦芳,王菊芬,杨俊。

本标准参照采用原苏联标准 ГOCT 2918—79\*(84)《工业用液体二氧化硫技术条件》。