

中华人民共和国国家标准

GB/T 21395—2008

二 甲 基 亚 砜

Dimethyl sulfoxide

2008-02-03 发布

2008-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会和辽宁省质量技术监督局共同提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:盘锦远东锦星化工有限公司、盘锦市标准化协会。

本标准主要起草人:陈秀仁、姜勇、李影、刘桂娟、王玲。



二甲基亚砜

1 范围

本标准规定了二甲基亚砜的符号和缩略语、要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输和贮存等。

本标准适用于由甲醇与二硫化碳(或甲醇与硫化氢)合成二甲基硫醚,再经纯氧氧化精制而得的二甲基亚砜。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 191 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)
- 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(ISO 6353-1:1982, NEQ)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则(idt ISO 3165:1976)
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(eqv ISO 760:1978)
- GB/T 6488 化工产品折光率测定法
- 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)
- GB/T 7533 有机化工产品结晶点的测定方法(neq ISO 1392:1977)
- GB/T 9721 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9736 化学试剂 酸度和碱度测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982, GM 13)

3 符号和缩略语

3.1 产品英文拼写:dimethyl sulfoxide

3.2 分子式: $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$

3.3 缩略语:DMSO

3.4 化学分子结构式: $\text{CH}_3-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{S}}-\text{CH}_3$

3.5 相对分子质量(按 2005 年国际相对原子质量):78.13

4 要求

4.1 外观为无色透明液体或晶体,无味或微有气味。

4.2 二甲基亚砜应符合表 1 的技术要求。



表 1 技术要求

项 目	指标		
	优等品	一等品	
结晶点/℃	≥	18.10	18.00
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤	0.03	0.04
透光度(400 nm)/%	≥	96.0	
折光率(20℃)		1.477 5~1.479 0	
杂质的质量分数/%	≤	0.10	0.15
水的质量分数/%	≤	0.10	

5 试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

分析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、GB/T 603 的规定制备。

5.3 气味和外观的测定

5.3.1 气味用嗅觉检测。

5.3.2 于 50 mL 具塞比色管中,加入适量液体样品,在白色背景下目视,以蒸馏水为参照,不得更深(样品若为晶体,则将样品放置至溶化同法比较)。

5.4 结晶点的测定

按 GB/T 7533 中规定的方法进行测定。

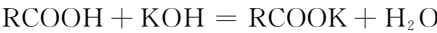
取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1℃。

5.5 酸值的测定

按 GB/T 9736 中规定的方法进行测定。

5.5.1 原理

样品中的游离酸与氢氧化钾发生中和反应,根据氢氧化钾标准滴定溶液消耗量可计算出游离酸值。



5.5.2 仪器

5.5.2.1 微量滴定管:2 mL,分刻度为 0.01 mL;

5.5.2.2 三角烧瓶:250 mL。

5.5.3 试剂

5.5.3.1 氢氧化钾标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.05\text{ mol/L}$;

5.5.3.2 酚酞指示液:0.1 g/L。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 称取约 50 g 样品,精确至 0.01 g,置于预先备有 100 mL 水的三角烧瓶中,加 2~3 滴酚酞指示液,用氢氧化钾标准滴定溶液滴定,滴定到出现粉红色保持 1 min 不褪色为终点。

5.5.4.2 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

5.5.5 结果计算

酸值以中和 1 g 试样所需氢氧化钾的质量(毫克数) ω_1 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,

按式(1)计算:

$$w_1 = (V - V_1) \times c \times M / m \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——试料消耗氢氧化钾标准滴定溶液(5.5.3.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.1$);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001。

5.6 透光度的测定

按 GB/T 9721 中规定的方法测定。采用 5 cm 光程的比色皿,以蒸馏水作参比,波长选定 400 nm。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.7 折光率的测定

按 GB/T 6488 中规定的方法进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 3。

5.8 杂质含量的测定

5.8.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,样品经汽化通过色谱柱,使其中各组分得到分离,用氢火焰离子化检测器检测。根据面积归一化法测定杂质的含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 聚乙二醇 20M(固定液);

5.8.2.2 白色硅烷化载体:0.18 mm~0.15 mm(80 目~100 目);

5.8.2.3 氢气:体积分数不低于 99.9%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

5.8.2.4 氮气:体积分数不低于 99.9%,经硅胶与分子筛干燥、净化;

5.8.2.5 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定;

5.8.3.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站;

5.8.3.3 进样器:微量进样器,1 μ L 或 5 μ L。

5.8.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图见图 1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

色谱柱在首次使用前应进行老化处理。

表 2 推荐的填充色谱柱及典型色谱操作条件

色谱柱材质	不锈钢
柱长/m	1.5
柱内径/mm	3
载体:固定液	100:10(质量比)
载气	氮气
载气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
柱温/℃	160

表 2(续)

汽化室温度/℃	230
检测器温度/℃	230
进样量/μL	1

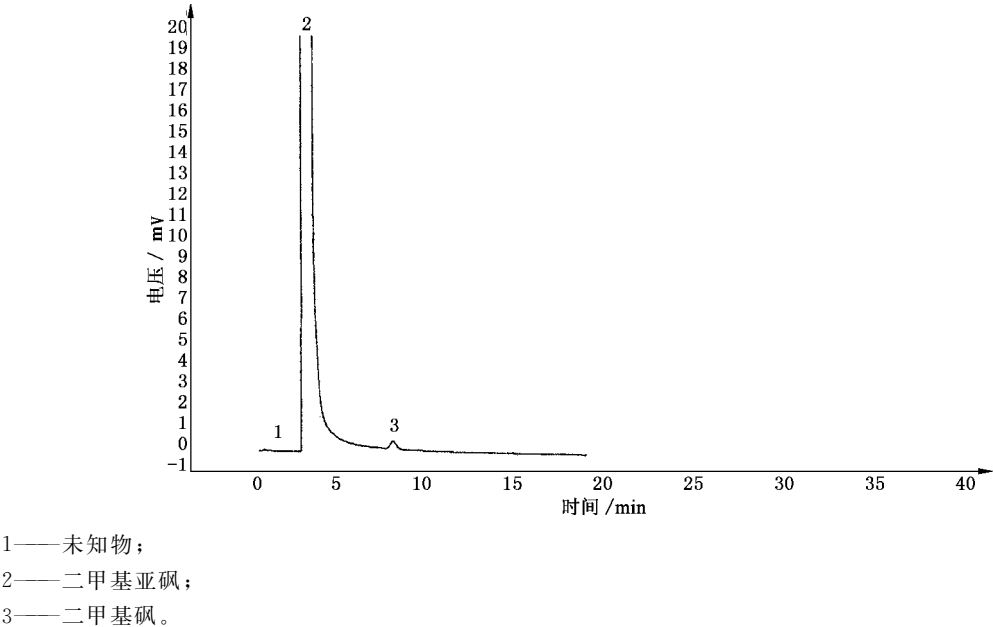


图 1 典型色谱图

5.8.5 分析步骤

启动气相色谱仪,参照表 2 所列色谱操作条件调试仪器,稳定后准备进样分析。
用进样器进样分析,用色谱数据处理机或积分仪处理计算结果。

5.8.6 定量方法

面积归一化法。

5.8.7 结果计算

杂质的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{\sum A_i}{\sum A} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\sum A_i$ ——各杂质组分峰面积之和;
 $\sum A$ ——所有组分峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

5.9 水分的测定

按 GB/T 6283 规定的方法进行测定。
取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

6 检验规则

- 6.1 本标准第 4 章的所有项目均为出厂检验项目。应逐批进行检验。
- 6.2 二甲基亚砷产品由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称和厂址、产品名称、生产日期或批号、质量等级、净含量和本标准编号等。
- 6.3 以每一贮罐或连续生产的实际批为一组批。



6.4 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。本品在 18℃ 以下贮存时形成晶体，此时取样检测，需将产品在适宜的温度环境中放置至溶化，再进行取样检测。所采试样总量不得少于 1 L。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、规格、采样日期和采样者，一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

6.5 检验结果的判定应按 GB/T 1250 中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标准的要求时，桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验，罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品包装容器上应涂有牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称和本标准编号，包装容器上还应符合 GB/T 191 规定包装运输图示标志。

7.2 包装

产品应用清洁的塑料桶或不锈钢罐密封包装，不得接触铁、胶等材料，每桶净含量为 200 kg ± 0.5 kg 或 225 kg ± 0.5 kg 或按用户要求包装。

7.3 运输

运输中，必须保证密封、防水。

7.4 贮存

可在露天贮存，但要保证密封、防水。