



中华人民共和国国家标准

GB/T 3637—2021

代替 GB/T 3637—2011

液体二氧化硫

Liquid sulphur dioxide

2021-12-31 发布

2022-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替 GB/T 3637—2011《液体二氧化硫》，与 GB/T 3637—2011 相比，除编辑性改动外主要技术变化如下：

- 更改了规范性引用文件的部分内容(见第 2 章,2011 年版的第 2 章)；
- 增加了术语和定义的内容(见第 3 章)；
- 更改了技术要求的内容(见第 4 章,2011 年版的第 3 章)；
- 更改了试验方法的部分内容(见第 6 章,2011 年版的第 5 章)；
- 更改了“检验规则”的部分内容(见第 7 章,2011 年版的第 6 章)；
- 更改了标志、包装、运输和贮存的部分内容(见第 8 章,2011 年版的第 7 章)；
- 更改了安全的部分内容(见第 9 章,2011 年版的第 8 章)。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：浙江巨化股份有限公司硫酸厂、山东凯盛新材料股份有限公司、安徽金禾实业股份有限公司、浙江建业化工股份有限公司、江苏庆峰工程集团有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、衢州学院、中国石油天然气股份有限公司。

本文件主要起草人：郑学根、孙庆民、肖建芳、方祖祥、张元庆、梁锋、吕亮、李根、王爱国、李文娟、史英俊、任瑞平、王玉林、余国军、鲍志君、刘彩霞。

本文件 1983 年首次发布为 GB 3637—1983,1993 年第一次修订,2011 年第二次修订,本次为第三次修订。

液体二氧化硫

警告:使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未揭示出所有可能的危险问题,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

本文件规定了液体二氧化硫的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和健康与安全。

本文件适用于工业用液体二氧化硫。

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 150.1 压力容器 第1部分:通用要求
- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7144 气瓶颜色标志
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10478 液化气体铁路罐车
- GB 12268 危险物品名表
- GB/T 14193 液化气体气瓶充装规定
- GB/T 16163 瓶装气体分类
- GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序
- GB/T 19905 液化气体汽车罐车
- GBZ 2.1 工作场所有害因素职业接触限值 第1部分:化学有害因素

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

液体二氧化硫按产品质量等级分为A级、B级和C级,其技术指标应符合表1的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	A 级	B 级	C 级
外观	无色或略带黄色的透明液体		
水分(H ₂ O)的质量分数(w_1) %	≤0.020	≤0.060	≤0.15
残渣的质量分数(w_2) %	≤0.010	≤0.040	≤0.15
二氧化硫(SO ₂)的质量分数(w_3) %	≥99.97	≥99.90	≥99.70

5 采样

5.1 用钢瓶取样(仲裁法)

5.1.1 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,连接处不应漏气。然后打开阀门,用二氧化硫气把小钢瓶中余气全部置换,置换出的气体用碳酸钠溶液(200 g/L)吸收后放空,再继续通气约 10 min 后取下钢瓶。

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

注:在实际工作中,根据取样小钢瓶的准确尺寸确定直角弯管的长度与直径的尺寸,使小钢瓶与直角弯管匹配。

单位为毫米

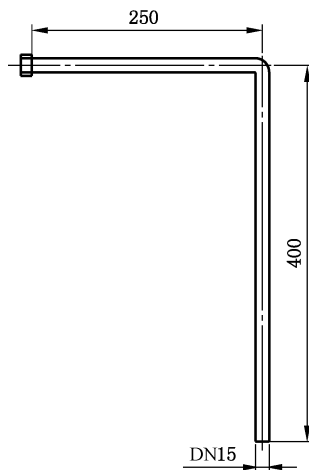
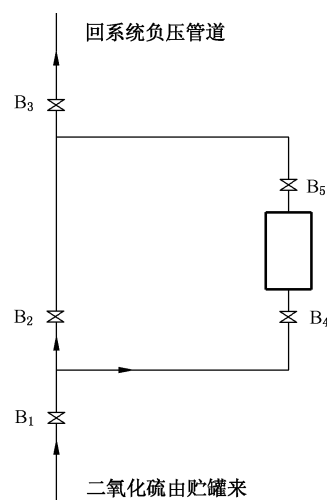


图 1 直角弯管

5.1.2 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。



标引序号说明：

B₁、B₂、B₃——操作阀门；

B₄、B₅——钢瓶阀门。

图 2 取样管线连接示意图

图 2 所示是从贮罐往采样小钢瓶内取样的装置，是由 B₁、B₂ 和 B₃ 组成，B₄ 和 B₅ 也接在管线内。装置在不工作时，B₁、B₂ 和 B₃ 应关闭。

当准备取样时，按图 2 所示的线路连接好小钢瓶。取样前先把 B₄ 和 B₅ 关闭，然后依次打开 B₃、B₂ 和 B₁，将管内残余气体用贮罐里的二氧化硫置换完，然后关闭 B₂，再打开钢瓶 B₄、B₅，约 10 min 后（可见到钢瓶外白霜或水珠）依次关闭 B₅、B₄ 和 B₁，打开 B₂ 抽去管内剩余气体，再关闭 B₂、B₃，卸下小钢瓶。

小钢瓶取下后应固定于水平的位置，拧上带有螺帽的直角弯管（见图 1）。每次取样前，将带有螺帽的直角弯管放在 100 °C～110 °C 烘箱里烘干。

5.2 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，放出的气体用碳酸钠溶液（200 g/L）吸收后放空，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，置于冰水中，防止二氧化硫逸出。

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件中所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。所有使用的玻璃器皿在 100 °C～110 °C 烘箱中预先干燥 30 min，然后在装有干燥剂[6.3.2.1.6 a)]的干燥器中存放。

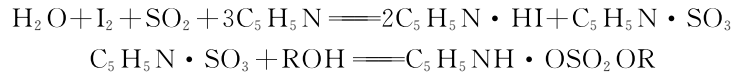
6.2 外观

取 100 mL 试样于 150 mL 的无色磨口试剂瓶中于自然光白色背景下目视观察。

6.3 水分质量分数的测定

6.3.1 原理

存在于试料中的任何水分(游离水或结晶水)与已知滴定度的卡尔·费休试剂(碘、二氧化硫、吡啶和甲醇组成的溶液)进行定量反应。反应式为:



6.3.2 自动微量水分测定仪法(仲裁法)

6.3.2.1 试剂和材料

6.3.2.1.1 甲醇。如试剂中水的质量分数大于 0.05%，于 500 mL 甲醇中加入 5A 分子筛[6.3.2.1.6 a)] 约 50 g，塞上瓶塞，放置 12 h 以上，吸取上层清液使用。

6.3.2.1.2 无水乙醇。

6.3.2.1.3 水-无水乙醇标准溶液：表观浓度 1 mg/mL~4 mg/mL。称取 0.1 g~0.4 g(精确至 0.000 1 g)水于约含 50 mL 无水乙醇的清洁干燥的 100 mL 容量瓶中，用同样的无水乙醇稀释至刻度，摇匀，贮于带胶塞的小口试剂瓶中，使用时与填充活性硅胶的干燥管相连。

6.3.2.1.4 卡尔·费休试剂：按照 GB/T 6283—2008 中 5.13 的方法用甲醇制备。也可选用市场上其他配方的卡尔·费休试剂，但应保证选用后的测定结果与按 GB/T 6283—2008 中 5.13 的方法用甲醇制备的卡尔·费休试剂测定结果一致。

6.3.2.1.5 硅酮润滑脂。

6.3.2.1.6 干燥剂。可选用以下任一种：

- a) 5A 分子筛：颗粒直径为 3 mm~5 mm，使用前于 500 °C 下焙烧 2 h，并在内装分子筛的干燥器中冷却；使用过的分子筛可用水洗涤、烘干、焙烧再生后备用；
- b) 活性硅胶：用作填充干燥剂。

6.3.2.2 仪器

6.3.2.2.1 天平：精确到 0.01 g。

6.3.2.2.2 分析天平：精确到 0.000 1 g。

6.3.2.2.3 自动微量水分测定仪，精度：0.005 mL。

6.3.2.2.4 锥形瓶：100 mL。

6.3.2.2.5 注射器：容量适宜，体积经校正。

6.3.2.3 卡尔·费休试剂的标定

按仪器说明书的要求连接好仪器，开启仪器。

待仪器稳定后，注入适量甲醇(6.3.2.1.1)到滴定容器中，打开电磁搅拌器，由自动测定仪自动调节仪器至待进样状态。

用注射器(6.3.2.2.5)吸取(3.0~10.0)mL 的水-无水乙醇标准溶液(6.3.2.1.3)，控制水的量为 0.01 g~0.04 g，针头穿过硅胶塞，迅速将水-无水乙醇标准溶液注入到滴定容器中，用待标定的卡尔·费休试剂(6.3.2.1.4)滴定，记录消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_1)。用同样体积的与配制水-无水乙醇标准溶液(6.3.2.1.3)相同的无水乙醇(6.3.2.1.2)做空白试验，记录消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_0)。

6.3.2.4 测定

通过排泄嘴将滴定容器中的残液排泄完，注入适量的甲醇(6.3.2.1.1)到滴定容器中，打开电磁搅拌器，由自动测定仪自动调节仪器至待进样状态。

将采样小钢瓶的一头接上已经干燥处理的直角弯管,打开小钢瓶阀门,放出少量液体二氧化硫试样于废液杯中,然后迅速称取 30 g~35 g 液体二氧化硫试样(精确至 1.0 g)于清洁干燥的 100 mL 锥形瓶(6.3.2.2.4)中,并立即将试样移入滴定容器中,塞上滴定容器的胶塞。

用卡尔·费休试剂(6.3.2.1.4)滴定试样中的水,记录消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_2)。

6.3.3 非自动微量水分测定仪法

6.3.3.1 试剂和材料

本方法所用试剂材料同 6.3.2.1。

6.3.3.2 仪器

6.3.3.2.1 天平:精确到 0.01 g。

6.3.3.2.2 分析天平:精确到 0.000 1 g。

6.3.3.2.3 锥形瓶:100 mL。

6.3.3.2.4 注射器:容量适宜,体积经校正。

6.3.3.2.5 本方法所用仪器见 GB/T 6283—2008 附录 C,由下述部分组成:

- a) 自动滴定管:25 mL 或 10 mL,细尖端,分度 0.05 mL,连接填充干燥剂(6.3.2.1.6)的保护管,防止大气中湿气进入管内;
- b) 滴定容器:有效容量 100 mL,以磨砂玻璃接头与自动滴定管相连,并有二个支管,一支供电量测定法时插入铂电极用,另一支塞硅胶塞,以便在不打开容器的情况下用注射器注入液体试样;
- c) 铂电极:焊接铂丝电极于玻璃管中,使其插到滴定容器底部,同时与终点电量测定装置的两根铜丝连接;
- d) 电磁搅拌器:固定在可调高度的底座上,使用外包玻璃或聚四氟乙烯的软钢棒搅拌,转速为 150 r/min~300 r/min;
- e) 装卡尔·费休试剂(6.3.2.1.4)的试剂瓶:容量 3 L 或 1 L,要求与滴定管容量相匹配,棕色玻璃,通过磨砂塞插入自动滴定管的加料管;
- f) 双连橡皮球:双连橡皮球与填充干燥剂(6.3.2.1.6)的干燥瓶相连,以便压送干燥空气至试剂瓶中,使试剂充满滴定管;
- g) 终点电量测定装置。

6.3.3.3 卡尔·费休试剂的标定

按 GB/T 6283—2008 附录 C 图 C.1 所示装配好仪器,用硅酮润滑脂(6.3.2.1.5)润滑接头,注入适量的甲醇(6.3.2.1.1)到滴定容器中,打开电磁搅拌器,并连接终点电量测定装置。

调节仪器,使电量测定装置显示初始值,由自动滴定管滴加卡尔(费休试剂(6.3.2.1.4)),直到电量测定装置显示值突然增加至某一特定值,并保持 1 min 不变。

用注射器(6.3.3.2.4)吸取 3.0 mL~10.0 mL 的水-无水乙醇标准溶液(6.3.2.1.3),控制水的量为 0.01 g~0.04 g,针头穿过硅胶塞,迅速将水-无水乙醇标准溶液注入到滴定容器中,由自动滴定管滴加卡尔(费休试剂,直到电量测定装置显示值突然增加至与上次同样的特定值,并保持 1 min 不变为终点,记录消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_1)。用同样体积的与配制水-无水乙醇标准溶液相同的无水乙醇(6.3.2.1.2)做空白试验,记录消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_0)。

6.3.3.4 测定

通过排泄嘴将滴定容器中的残液排泄完,注入适量的甲醇(6.3.2.1.1)到滴定容器中,打开电磁搅拌

器,使电量测定装置显示初始值,由自动滴定管滴加卡尔·费休试剂(6.3.2.1.4),直到电量测定装置显示值突然增加至与上次同样的特定值,并保持 1 min 不变。

将采样小钢瓶的一头接上已经干燥处理的直角弯管,打开小钢瓶阀门,放出少量液体二氧化硫试样于废液杯中,然后迅速称取约 30 g~35 g 液体二氧化硫(精确至 1.0 g)试样置于已干燥并已恒量(精确至 0.1 g)的 100 mL 锥形瓶(6.3.3.2.3)中,并立即将试样移入到滴定容器中,塞上滴定容器的胶塞,由自动滴定管滴加卡尔·费休试剂,直到电量测定装置显示值突然增加至与上次同样的特定值,并保持 1 min 不变为终点,记录消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_2)。

6.3.4 结果计算

6.3.4.1 卡尔·费休试剂的滴定度(T),以 mg/mL 表示,按公式(1)计算:

$$T = \frac{\alpha V}{V_1 - V_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T ——卡尔·费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

α ——水-无水乙醇标准溶液表观浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——水-无水乙醇标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定时消耗的卡尔·费休试剂体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗的卡尔·费休试剂体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.3.4.2 水分(H_2O)的质量分数(w_1),按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V_2 T}{1\,000 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_1 ——水分(H_2O)的质量分数;

V_2 ——测定时消耗的卡尔·费休试剂体积的数值,单位为毫升(mL);

T ——按公式(1)计算所得的卡尔·费休试剂滴定度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——试样质量的数值,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:A 级和 B 级应不大于 0.002%,C 级应不大于 0.02%。

6.4 残渣质量分数的测定

6.4.1 原理

称取适量的液体二氧化硫试样,根据试样中二氧化硫挥发后残留物的质量计算残渣的质量分数。

6.4.2 仪器

6.4.2.1 天平:精确到 0.01 g。

6.4.2.2 分析天平:精确到 0.000 1 g。

6.4.2.3 水浴锅。

6.4.2.4 锥形瓶:100 mL。

6.4.3 分析步骤

用已恒量(精确至 0.000 1 g)的锥形瓶(6.4.2.4)迅速称取约 100 g(精确至 1.0 g)试样。将锥形瓶(6.4.2.4)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,置于干燥器内冷却 30 min,称量。

6.4.4 结果计算

残渣的质量分数(w_2),按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_2 ——残渣的质量分数;

m_1 ——锥形瓶和残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——锥形瓶的质量的数值,单位为克(g);

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:A级和B级应不大于0.002%,C级应不大于0.02%。

6.5 二氧化硫质量分数的计算

二氧化硫(SO_2)的质量分数(w_3),按公式(4)计算:

$$w_3 = 1 - w_1 - w_2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_3 ——二氧化硫(SO_2)的质量分数;

w_1 ——按6.3测得的水的质量分数的数值,%;

w_2 ——按6.4测得的残渣的质量分数的数值,%。

7 检验规则

7.1 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文件要求。

7.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书或产品合格证,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、生产日期或批号、产品等级、净含量或件数、本文件编号等。

7.3 液体二氧化硫按批量抽查检验。以稳定生产的一个槽罐或一天内灌装的同一质量等级的钢瓶作为一批,抽样钢瓶数量按每批钢瓶数量的5%计,数量不多于5瓶。

7.4 液体二氧化硫的取样,可在生产厂的产品灌装口处取样,也可在钢瓶或罐车出口处取样。

7.5 使用单位有权按照本文件对所收到的液体二氧化硫进行验收,核准其质量指标是否符合本文件的要求。当供需双方对产品质量发生异议时,应由有资质的第三方检验机构仲裁检验。

7.6 检验结果按GB/T 8170中规定的修约值比较法判定是否符合本文件,但在计算液体二氧化硫含量时,残渣、水分的质量分数均取修约前的数值。

7.7 检验结果即使有一项指标不符合本文件要求,应重新取样进行检验,重新检验的结果,即使只有一项指标不符合本文件要求,则整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

每批出厂的液体二氧化硫包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:产品名称、商标、生产厂厂名、厂址、净含量、批号、产品等级、本文件编号、符合GB 190中规定的“毒性气体”标志及GB/T 191中规定的“温度极限”标志。

8.2 包装

8.2.1 液体二氧化硫属有毒的酸性腐蚀性液化气体,货物编号应符合 GB 12268 规定的要求。

8.2.2 液体二氧化硫用气瓶或罐车充装,气瓶应符合 GB/T 150.1 规定的要求,汽车罐车应符合 GB/T 19905 规定的要求,铁路罐车应符合 GB/T 10478 规定的要求。液体二氧化硫在瓶装气体中的分类应符合 GB/T 16163 规定的要求,充装应符合 GB/T 14193 规定的要求。

8.2.3 充装液体二氧化硫的气瓶颜色标记应符合 GB/T 7144 规定的要求,表面漆色为银灰色,并有明显的黑色“液化二氧化硫”字样。

8.3 运输

8.3.1 液体二氧化硫在运输过程中不应泄漏,应避免容器受太阳直晒或受热,温度不能超过 60 °C。气瓶应有阀门安全帽及防震胶圈,搬运气瓶时,防止撞击或剧烈震动,避免引起爆炸。

8.3.2 用户将空气瓶或罐车返回生产厂时,气瓶或罐车内应留有余压,并不应低于 0.005 MPa。

8.4 贮存

液体二氧化硫产品应贮存在遮光、低温、通风良好的场所,远离火、热源,与其他化学危险品,特别是易燃品、爆炸品、氧化剂等隔离存放。

9 健康与安全

9.1 液体二氧化硫工作场所空气中二氧化硫允许接触浓度按 GBZ 2.1 的要求控制。

9.2 从事液体二氧化硫作业的人员应穿戴适当的劳动防护用品,现场应配备与防止二氧化硫吸入相对应的过滤式防毒面具,数量应满足现场需要。发生事故时,应使用隔绝式防毒面具、橡胶工作服和橡胶手套。

9.3 采样前应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。

9.4 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。

9.5 液体二氧化硫安全技术说明书按 GB/T 16483 的规定编写。