

# 气雾剂级二甲醚

## 1 范围

本标准规定了气雾剂二甲醚的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、储存和安全等。  
本标准适用于甲醇气相脱水合成的气雾剂二甲醚。

结构式： $\text{CH}_3\text{OCH}_3$

相对分子质量：46.07（按2005年国际相对原子质量）

## 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，其随后所有的修改单（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 190-1990	危险货物包装标志
GB 5100-1994	钢质焊接钢瓶
GB/T 6023-2008	工业用丁二烯中微量水的测定 卡尔·费休库仑法
GB/T 6678-2003	化工产品采样总则
GB/T 6680-2003	液体化工产品采样通则
GB/T 6682-2008	分析实验室用水规格
GB/T 8170-2008	数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 9722-2006	化学试剂 气相色谱法通则
GB 14193-1993	液化气体气瓶充装规定
HG/T 3934-2007	二甲醚
SH 0233-1992	液化石油气采样

## 3 技术要求

### 3.1 感官要求

在室温下为无色、无异味气体。

### 3.2 理化指标

气雾剂二甲醚技术指标应符合表1要求。

表1 技术指标

项目	优级品指标	一级品指标
二甲醚质量分数/% $\geq$	99.99	99.90
甲醇的质量分数/% $\leq$	0.003	0.050
水的质量分数/% $\leq$	0.005	0.030
轻组分的质量分数/% $\leq$	0.002	0.02
酸度（ $\text{H}_2\text{SO}_4$ 计）/% $\leq$	0.0003	0.0003
注：酸度测定仅在产品做为制冷剂时进行		

## 4 试验方法

### 4.1 感官指标检验

将取样器下端阀门小心打开，以手扇动放出二甲醚气体，闻取二甲醚，应无异味。

## 4.2 轻组分（CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>）、甲醇及其它杂质体积分数的测定

### 4.2.1 方法提要

采用气相色谱法，在合适的色谱条件下，气化的样品经色谱柱分离，用热导检测器（TCD）检测，由色谱工作站系统处理分析数据，采用外标法对烯烃、甲醇及其它杂质等微量组份进行定量。

### 4.2.2 仪器和试剂

4.2.2.1 气相色谱仪：配置热导检测器（TCD），PLOT Q毛细色谱柱，可控温气体进样系统，定量环0.5mL。灵敏度和稳定性符合GB/T 9722标准要求。

4.2.2.2 色谱数据处理系统：色谱工作站。

4.2.2.3 电热温控仪：电加热带加热，可控制进样管线温度在200±2℃。

4.2.2.4 采样器：不锈钢双阀式液化石油气采样器，符合SH/T 0233标准要求，工作压力不低于3.1MPa。

4.2.2.5 氢气（或氦气）：纯度≥99.995%。

4.2.2.6 标准样品：由具备标准物制备资质的部门配制。标准样品内含杂质组分甲醇、乙烯、丙烯、甲烷、乙烷、丙烷、一氧化碳、二氧化碳等的含量应与实际工业生产样品状况接近，以氮气（或氢气）为平衡气。各杂质组分含量标称值不确定度不得大于3%。

### 4.2.3 色谱分析条件

推荐的气相色谱条件见表2，可根据具体情况进行色谱条件优化。

表2 推荐色谱操作条件

色谱柱固定相	PLOT Q（聚苯乙烯—二乙烯基苯）
色谱柱管材质	熔融弹性石英
色谱柱长度	30m
色谱柱管内径	0.53mm
膜厚	40μm
检测器	热导检测器（TCD）
汽化室温度	200℃
检测器温度	250℃
柱箱温度	初始温度：50℃保持1min，15℃/min升温，终了温度：180℃
六通阀阀箱温度	150℃
进样管线温度	150℃
分流比	3：1
进样量	0.5mL

### 4.2.4 分析步骤

#### 4.2.4.1 校正因子的测定

参照表2色谱操作条件调试仪器。将标准样品钢瓶与气相色谱仪进样管线连接，待色谱仪稳定后打开标准样品钢瓶阀门，调节合适流速，用标准样品连续吹扫六通阀及定量环并排空，取标准样品进样分析。重复测定至各组分峰面积相对偏差15%以内，取3次峰面积平均值为测定结果。

#### 4.2.4.2 校正因子计算

色谱进样标准样品，得组分i的校正因子按公式（1）计算：

$$f_{is} = \frac{V_{is}}{A_{is}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：V<sub>is</sub>—标准样品中组分i的体积百分数，数值以%表示；

A<sub>is</sub>—组分i的峰面积；

#### 4.2.4.3 试样的测定

##### 4.2.4.3.1 取样

将干燥、洁净的采样器与二甲醚采样口密封连接。采样器放空阀向上，打开采样口阀门，再依次打开采样器的进口阀和放空阀，使试样充分置换采样器。然后关闭采样器的放空阀，使液相试样进入采样器。依次关闭采样器进口阀和采样口阀门，取下采样器。

#### 4.2.4.3.2 测定

启动气相色谱仪，参照表2设定色谱操作条件。气相色谱仪稳定后准备试样分析。

将采样器与气相色谱仪进样管线密封连接并倒置采样器。缓慢打开采样器放空阀，以合适流速置换六通阀系统。置换完全后将气体试样引入色谱仪进行分析。用外标法定量。

#### 4.2.4.3.3 结果计算

试样中各杂质组分的体积百分数 $V_i$ 按公式(2)计算，数值用%表示。

$$V_i = f_{is} \times A_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： $f_{is}$ —杂质组分i的校正因子(由(1)式得出)；

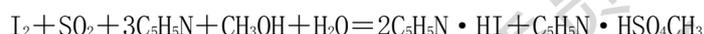
$A_i$ —组分i的峰面积。

#### 4.2.4.3.4 重复性

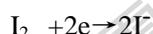
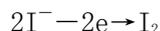
两次平行测定结果的相对偏差不大于15%，取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

### 4.3 水质量分数的测定

#### 4.3.1 方法提要



所用试剂溶液是由一定浓度的单质碘、 $I^-$ 及溶有二氧化硫的甲醇等混合而成。测量的依据是一定浓度的单质碘与 $I^-$ 所构成的平衡体系的导电能力，在两电极上加电流后使电极上分别交替发生如下反应：



根据定量反应的水和碘摩尔数相同，而电解生成的碘与消耗的电量成正比，依据法拉第定律，由测量消耗的电量可得出所测试样中水的量。

#### 4.3.2 仪器试剂

4.3.2.1 库仑电量水分测定仪：检测灵敏度0.1 $\mu$ gH<sub>2</sub>O。

4.3.2.2 采样器：不锈钢双阀式液化石油气采样器，符合SH/T 0233标准要求，工作压力不低于3.1MPa。

4.3.2.3 进样器：液态烃闪蒸汽化取样进样器，如LG-5型闪蒸进样器。

4.3.2.4 连接管件：将液态烃闪蒸汽化取样进样器与库仑电量水分测定仪密封连接。

4.3.2.5 电解液：与库仑电量水分测定仪配套的电解液。

#### 4.3.3 分析步骤

加入电解液，开启并调节库仑电量水分测定仪至平衡，准备试样分析。

将装有试样的采样器与液态烃闪蒸汽化取样进样器密封连接，设定进样体积为2L（可根据含水量高低进行调整），充分置换后进样分析。

#### 4.3.4 结果计算

试样中水的质量分数 $W_0$ 按公式(3)计算，数值以%表示。

$$W_0 = \frac{m}{m_1 - m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： $m$ —试样中水的质量数值，单位为g；

$m_1$ —进样前采样器质量，单位为g；

$m_2$ —进样后采样器质量，单位为g。

#### 4.3.5 重复性

在同一台仪器，同一操作人员平行测定两次，重复性符合下列要求：

水分含量>0.001%，为其平均值的10%；

水分含量<0.001%，为其平均值的15%。

取两次测定的平均值为测定结果。

#### 4.4 二甲醚及水以外杂质质量分数计算

##### 4.4.1 各杂质体积分数与质量分数的换算

以二甲醚为基体，杂质（含 4.2，4.4 内容）的质量分数以  $W_i$  计，数值以%表示，按（4）式计算：

$$W_i = \frac{V_i \times G_i}{4600} \times (100 - W_0) \dots\dots\dots (4)$$

式中： $V_i$ —杂质  $i$  的体积分数，%；

$G_i$ —杂质  $i$  的分子量；

$W_0$ —水质量分数，%。

##### 4.4.2 二甲醚质量分数计算

二甲醚质量分数以  $C$  计，数值以%表示，按式（5）进行计算

$$C = 100 - (\sum W_i + W_0) \dots\dots\dots (5)$$

式中： $\sum W_i$ —除水以外其它杂质的质量分数之和，%；

$W_0$ —水分质量分数，%。

#### 4.5 二甲醚酸度的测定

按 HG/T 3934-2007 中第 5.7 的规定执行。

#### 5 检验规则

按 HG/T 3934-2007 中第 6 章的规定执行。

#### 6 标志、包装、运输和储存

按 HG/T 3934-2007 中的第 7 章的规定执行。

#### 7 安全

按 HG/T 3934-2007 中第 8 章的规定执行。