

中华人民共和国化工行业标准

HG 2316—92

硫 磺 悬 浮 剂

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫磺悬浮剂的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于硫磺、水、助剂加工而成的硫磺悬浮剂。

有效成分:硫

化学符号:S

相对原子质量:32.07(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 1601 农药氢离子浓度测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

HG 2—896 农药粉剂细度测定方法

3 技术要求

3.1 外观:可流动的容易测量体积的悬浮液。经存放允许分层,但经摇动或搅动仍能恢复原状。不允许结块。

3.2 硫磺悬浮剂还应符合下列指标要求:

项 目	指 标	
	45%悬浮剂	50%悬浮剂
硫含量,%(m/m) $\geq$	45.0	50.0
悬浮率,%(m/m) $\geq$	92	92
筛析,%(m/m)(通过 0.045mm)筛 $\geq$	98	98
pH 值	5.0~9.0	5.0~9.0
平均粒径 ¹⁾ , μm $\leq$	2	2
热贮稳定性 ²⁾	合格	合格

注:1)、2) 至少半年检验一次。

4 试验方法

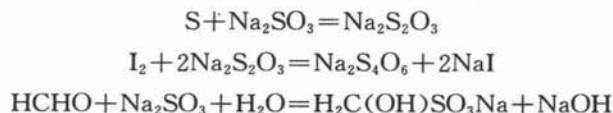
4.1 硫含量的测定

4.1.1 方法原理

中华人民共和国化学工业部 1992-06-01 批准

1993-01-01 实施

硫与亚硫酸钠溶液加热回流转化成硫代硫酸钠,然后用碘标准滴定溶液滴定。过量的亚硫酸钠用甲醛掩蔽之。反应方程式如下:



4.1.2 试剂和溶液

无水亚硫酸钠(HG 3—1078);
 甲醛(GB 685);
 冰乙酸(GB 676)溶液;20%(V/V);
 碘(GB 675)标准滴定溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{mol/L}$;
 酚酞指示剂:10g/L 乙醇溶液;
 淀粉指示剂:5g/L 溶液。

4.1.3 仪器

球形回流冷凝管。

4.1.4 测定步骤

称取含硫 0.25 的试样(精确至 0.000 1g),置于 250mL 锥形瓶中,加入 50mL 水和 5g 亚硫酸钠。装上回流冷凝管,加热使其沸腾 15~20min。回流期间、不时摇动锥形瓶。取下锥形瓶,冷却至室温,将内容物定量转移到 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀,必要时过滤。准确吸取 50mL 溶液置于 250mL 锥形瓶中,加入 7mL 甲醛溶液,放置 3~5min 后加入 2 滴酚酞指示剂,用冰乙酸溶液滴至红色消失并过量 4~5 滴,再加入 3mL 淀粉指示剂,用碘标准滴定溶液滴定至蓝色(30s 内不消失)为终点。

空白测定:称取含硫 0.25g 的试样(精确至 0.000 1g),置于 250mL 锥形瓶中,加入适量水激烈振摇,使样品中水溶性硫代硫酸盐完全提取出来,然后用水定容。过滤,准确吸取 50mL 滤液置于 250mL 锥形瓶中,加入 7mL 甲醛溶液,放置 3~5min 后加入 2 滴酚酞指示剂,用冰乙酸溶液滴至红色消失并过量 4~5 滴,再加入 3mL 淀粉指示剂,用碘标准滴定溶液滴定至蓝色(30s 内不消失)为终点。

4.1.5 计算

试样中硫的质量百分含量 x_1 按式(1)计算:

$$x_1 = c \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_2}{m_2} \right) \times 0.03207 \times 5 \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样时消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白时消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——空白试样的质量, g;

0.03207——与 1.00mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2\text{I}_2)=1.000\text{mol/L}$] 相当的, 以克表示的硫的质量。

4.1.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.5%。

4.2 悬浮率的测定

4.2.1 方法提要

称取 1g 试样,用标准硬水制备成悬浮液于量筒中,在规定条件下,测定底部 1/10 悬浮液和沉淀物中硫的量,计算其悬浮率。

4.2.2 溶液

标准硬水:342ppm,按 GB 5451 中的方法配制。

4.2.3 仪器

量筒:具磨口塞,250mL 刻度线的距离为 20~21.5cm,250mL 刻度线距塞子底部为 4~6cm;

玻璃吸管:长约 40cm,内径 0.5cm,在一端尖口处有 0.2~0.3cm 的孔,尖端弯成 U 型,U 型部分长为 0.5~1.0cm。另一端接抽气源。

4.2.4 测定步骤

量取 100mL 标准硬水于 250mL 量筒中,将量筒放在 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中。称取含有硫 0.45~0.50g 的试样(精确至 0.0001g),置于 100mL 烧杯中,加入 5~10mL ($30 \pm 1^\circ\text{C}$) 标准硬水,旋摇烧杯,待试样自行润湿后,边搅拌边加入 50mL 标准硬水 ($30 \pm 1^\circ\text{C}$)。用标准硬水 ($30 \pm 1^\circ\text{C}$) 将试样定量转移到上述量筒中,并稀释至 250mL,把塞子塞紧,以每两秒一次的速度将量筒上下倒置 30 次,垂直放在水浴中,水浴液面应至量筒颈部,防止振动,打开塞子保持 30min。然后,将量筒上部 9/10 的悬浮液在 10~15s 内抽出。抽液时,吸管的尖口应保持在液面下几毫米处,尽量减少对悬浮液的搅动。

量筒留下的 1/10 剩余物用 30~40mL 水分几次将其全部洗入 250mL 锥形瓶中,按 4.1.4 条测定。

4.2.5 计算

按式(2)计算出 1/10 剩余物中硫的质量 m_4 ,然后按式(3)计算硫磺悬浮剂的悬浮率 x_2

$$m_4 = c \cdot V \times 0.03207 \times 5 \dots\dots\dots (2)$$

$$x_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 111.1 \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定 1/10 剩余物消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

m_3 ——制备悬浮液所称试样中硫的质量, g;

111.1——换算系数。

4.2.6 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 5%。

4.3 筛析

按 HG 2—896 中的湿筛法测定。

4.4 pH 值的测定

4.4.1 试剂和溶液

与 GB 1601 中 pH 计法相同。

4.4.2 仪器及校正

按 GB 1601 中 pH 计法进行。

4.4.3 测定步骤

称取 1g 样品放入盛约 50mL 水的 100mL 烧杯中加水至 100mL,充分搅拌 1min。使悬浮液沉降 1min,然后测定混合物的 pH 值。

4.5 平均粒径的测定

4.5.1 仪器

1000 倍生物显微镜;

1/100 物镜测微尺。

4.5.2 测定步骤

取适量硫磺悬浮剂,加水稀释 100~200 倍,充分搅拌,使其成均匀悬浮液,以玻璃棒沾取一滴,滴在载玻片上,做成涂片。在显微镜下,测定硫磺粒子(200~300 个)的平均粒径以 μm 表示。

4.6 热贮稳定性试验

4.6.1 仪器

烘箱: $54 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4.6.2 测定步骤

将试样放在适宜的玻璃瓶中,置于 $54\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中,贮存14天。取出瓶子自然冷却至室温,在24h内完成检测,硫含量仍应符合标准要求,悬浮率指标应达到热贮前测定值的92%。

5 检验规则

- 5.1 硫磺悬浮剂产品应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证出厂的硫磺悬浮剂都符合本标准的要求,每批出厂的硫磺悬浮剂应附有质量证明书,并符合GB 1604的其他规定。
- 5.2 使用单位有权按照产品标准中的各项规定,核验所收到的硫磺悬浮剂是否符合本标准要求。
- 5.3 硫磺悬浮剂产品应以不超过包装贮罐的容量为一批。
- 5.4 采样方法按GB 1605进行。
- 5.5 检验结果中,若有指标不符合标准,应重新自两倍量的包装件数中取样进行核验,重新核验的结果即使只有一项指标不符合要求时,则整批产品为不合格。
- 5.6 当供需双方对产品质量发生争议时,可以通过协商解决或由法定的检验机构按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

- 6.1 硫磺悬浮剂的标志和包装应符合GB 3796中的有关规定,并加商标,生产许可证号。
- 6.2 硫磺悬浮剂应用清洁、干燥的塑料瓶包装,每瓶净重为0.5、1、2kg,外用纸箱包装,每箱净重不超过20kg。根据用户要求也可采用其他形式的包装。
- 6.3 贮运时,严防潮湿和日晒,保持良好的通风,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤接触,防止由口鼻吸入。
- 6.4 在正常贮运条件下,本产品的保证期为2年。在保证期内(半年后)悬浮率允许降至标明值的95%,其余各项指标仍应符合标准要求。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草并归口。

本标准主要起草人马亚光、郑勇、邸杏存。

本标准参照采用(联合国)粮食和农业组织FAO 18/7/S/5(73)《硫磺悬浮剂规格》。