

ICS 71.060.10  
G 13  
备案号:41882—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4558—2013

---

### 橡胶用硫磺粉

Sulfur powder for rubber

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC63/SC7)归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、江西恒兴源化工有限公司、山东省产品质量监督检验研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、实联化工江苏有限公司、淮安市产品质量监督检验所、上海京海化工有限公司。

本标准主要起草人：冯俊婷、邱爱玲、周鸣芳、杜伯会、雷进堂、王莉、林先景、陈长毅、袁丽、熊金龙、曹克强、李惠。

## 橡胶用硫磺粉

### 1 范围

本标准规定了橡胶用硫磺粉的要求,试验方法,检验规则,标志、包装、运输和贮存,安全。  
本标准适用于非充油型橡胶用硫磺粉。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志

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

GB/T 2449 工业硫磺

GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8946 塑料编织袋

### 3 要求

#### 3.1 外观

橡胶用硫磺粉呈黄色或淡黄色,应无肉眼可见杂质。

#### 3.2 技术指标

橡胶用硫磺粉的产品质量应符合表1的规定。

表 1

项 目		技术 指 标	
		优等品	合格品
硫(S)(以干基计),w/%	≥	99.90	99.50
水分,w/%	≤	0.10	0.50
灰分(以干基计),w/%	≤	0.05	0.15
酸度(以干基中的 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 计),w/%	≤	0.005	0.01
砷(As)(以干基计),w/%	≤	0.000 1	0.000 5
筛余物,w/%	粒径>150 μm	0	0
	粒径为 75 μm~150 μm	≤ 0.1	1.0
	粒径为 45 μm~75 μm	≤ 2.0	—

注:指标中的“—”表示该类别产品的技术要求中没有此项目。

## 4 试验方法

### 4.1 一般规定

本标准中所用的试剂和水,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。试验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。

### 4.2 外观的测定

通过目视确定。

### 4.3 硫质量分数的测定

#### 4.3.1 原理

将试料用二硫化碳洗脱后称量剩余物的质量,计算出硫的质量分数。

#### 4.3.2 试剂

二硫化碳。

注:二硫化碳有毒、易燃,相关操作应在通风橱内进行。

#### 4.3.3 仪器

4.3.3.1 玻璃砂芯坩埚:3号,孔径为 16 μm~30 μm,容积 30 mL。

4.3.3.2 抽滤瓶:500 mL。

4.3.3.3 真空泵。

4.3.3.4 恒温干燥箱:可控制温度 105 °C~110 °C。

#### 4.3.4 分析步骤

称取 3 g~5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已于 105 °C~110 °C 干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚(4.3.3.1)中。

在通风橱内,将盛试料的玻璃砂芯坩埚安装在抽滤瓶(4.3.3.2)上,向坩埚内加入 20 mL 二硫化碳,用玻璃棒搅拌使硫磺溶解,开启真空泵(4.3.3.3)以适宜速率抽滤。继续用二硫化碳洗涤溶解,至绝大部分硫磺溶解后,以二硫化碳洗涤坩埚壁及其底部,抽滤。

将盛有残渣的玻璃砂芯坩埚移入温度为 105 °C~110 °C 的恒温干燥箱(4.3.3.4)中干燥 45 min,取出放在干燥器中冷却至室温。再用二硫化碳洗涤坩埚 5~8 次,然后移入温度为 105 °C~110 °C 的恒温干燥箱中干燥 30 min,取出放在干燥器中冷却至室温后称量,精确至 0.000 1 g。按以上操作重复用二硫化碳处理直至连续两次称量相差不超过 0.000 3 g。

#### 4.3.5 结果计算

硫的质量分数  $w_1$ ,按公式(1)计算:

$$w_1 = \left[ 1 - \frac{m_2 - m_1}{m \times (1 - w_2)} \right] \times 100 \% - w_4 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_2$ ——坩埚和坩埚中剩余物质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$w_2$ ——水分的质量分数;

$w_4$ ——酸度的质量分数。

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应不大于 0.05 %。

## 4.4 水分质量分数的测定

### 4.4.1 原理

将试料在 80 °C 干燥后,减少的质量即为失去水的质量。

#### 4.4.2 仪器

4.4.2.1 称量瓶:70 mm×35 mm。

4.4.2.2 恒温干燥箱:可控制温度 80 °C±2 °C。

#### 4.4.3 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于已于 80 °C±2 °C 干燥至恒重的称量瓶中,记录称量瓶和试料的总质量,精确至 0.000 1 g。将盛有试料的称量瓶放入温度控制在 80 °C±2 °C 的恒温干燥箱内干燥 3 h,取出放在干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.000 1 g。重复以上操作,直至连续两次称量相差不超过 0.002 0 g。如果干燥总时间超过 16 h 仍未恒重,则记录最后一次称量结果。

#### 4.4.4 结果计算

水分的质量分数  $w_2$ ,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——干燥前称量瓶和试料质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——干燥后称量瓶和试料质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。水分的质量分数≤0.10 %时,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.02 %;水分的质量分数>0.10 %时,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

### 4.5 灰分质量分数的测定

#### 4.5.1 原理

在空气中缓慢燃烧试料,然后在高温电炉中于温度 800 °C~850 °C 下灼烧,冷却,称量。

#### 4.5.2 仪器

4.5.2.1 石英皿:容量 60 mL~100 mL。

4.5.2.2 高温电炉:可控制温度 800 °C~850 °C。

#### 4.5.3 分析步骤

称取约 25 g 试样置于已于 800 °C~850 °C 灼烧至恒重的石英皿(4.5.2.1)中,精确至 0.01 g,在通风橱内置于电热板上使硫磺缓慢燃烧。燃烧完毕后,将石英皿移入高温电炉(4.5.2.2)内,在 800 °C~850 °C 下灼烧 40 min。取出石英皿,稍冷后置于干燥器中,冷却至室温后称量,精确至 0.000 1 g。重复以上操作,直至连续两次称量相差不超过 0.000 5 g。

#### 4.5.4 结果计算

灰分的质量分数  $w_3$ ,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m \times (1 - w_2)} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_2$ ——石英皿和灰分质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——石英皿质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$w_2$ ——水分的质量分数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于 15 %。

### 4.6 酸度质量分数的测定

#### 4.6.1 原理

用水和异丙醇萃取硫磺中的酸性物质,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

#### 4.6.2 试剂

4.6.2.1 异丙醇。

4.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.6.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.01\text{ mol/L}$ 。

量取 10.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.2.2)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

4.6.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

#### 4.6.3 仪器

滴定管：量程为 5 mL。

#### 4.6.4 分析步骤

称取约 25 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 具磨口塞的锥形瓶中，加入 25 mL 异丙醇(4.6.2.1)，盖上瓶塞，使试料完全润湿。再加入 50 mL 水(水在使用前应煮沸并冷却)，塞上瓶塞，摇振 2 min，放置 20 min，其间不时地摇振，加 3 滴酚酞指示液(4.6.2.4)，用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.2.3)滴定至溶液为粉红色并保持 30 s 不褪。

同时做空白试验。

#### 4.6.5 结果计算

酸度的质量分数以硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )的质量分数  $w_4$  计，按公式(4)计算：

$$w_4 = \frac{[(V-V_0)/1000]cM/2}{m \times (1-w_2)} \times 100\% = \frac{(V-V_0)cM}{2000m \times (1-w_2)} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$V$ ——测定所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.2.3)体积的数值，单位为毫升(mL)；

$V_0$ ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

$M$ ——硫酸摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M=98.08$ )；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克(g)；

$w_2$ ——水分的质量分数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

#### 4.7 砷质量分数的测定

按 GB/T 2449 中规定的方法测定。

#### 4.8 筛余物质量分数的测定

##### 4.8.1 原理

将已知质量的试料，通过一定孔径的试验筛，称量其筛上物。

##### 4.8.2 试剂

无水乙醇。

##### 4.8.3 仪器

4.8.3.1 试验筛：孔径为 45  $\mu\text{m}$ 、75  $\mu\text{m}$  和 150  $\mu\text{m}$ ，符合 GB/T 6003.1—2012 的要求。

4.8.3.2 表面皿：直径 80 mm。

4.8.3.3 软毛刷。

4.8.3.4 恒温鼓风干燥箱：可控制温度 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

##### 4.8.4 分析步骤

称取约 10 g 试料，精确至 0.01 g，置于 150 mL 烧杯中，加入少许无水乙醇，充分润湿，加 100 mL 水搅拌，使润湿的试料分散均匀。

将孔径为 75  $\mu\text{m}$  和 45  $\mu\text{m}$  的试验筛依次放在孔径为 150  $\mu\text{m}$  的试验筛下面，用水冲洗并确认无杂质后，慢慢将已润湿分散的试料定量转入筛内，用软毛刷反复轻刷，其间可用水不断冲洗筛网和筛壁，直至筛余物不再通过为止。将筛置于 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  的恒温鼓风干燥箱中干燥 1 h，取出放在干燥器中冷却



至室温。将筛上物转移到已知质量的表面皿中称量,精确至 0.000 1 g。

注:我国筛分常用标准筛的目数与泰勒制标准筛筛孔尺寸的对应关系表参见附录 A。

#### 4.8.5 结果计算

每号筛内筛余物的质量分数  $w_5$ ,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_2$ ——表面皿和筛上物质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——表面皿质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

### 5 检验规则

5.1 橡胶用硫磺粉应由生产企业的质量监督检验部门负责按批检验,每批产品以同一原料稳定生产的日产量或班产量为一批,最大批量不得超过 30 t。生产企业应保证每批出厂的产品各项指标符合本标准的要求。每批产品都应附有质量证明书或产品合格证,其内容包括:产品名称、产品等级、生产企业名称、生产企业地址、商标、批号或生产日期、净含量、本标准编号等。

5.2 检验用的样品,由质检部门专人随机采样。采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行。取样总量不得少于 1 kg。将取得的样品混合均匀,用四分法缩分至 500 g 左右,立即装入两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中,瓶上应贴有标签,注明产品名称、产品等级、生产企业名称、批号或生产日期、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验,另一瓶作为保留样,保留时间不得少于 1 年。

5.3 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标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自两倍量的包装中或取样点上取样复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

5.4 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的橡胶用硫磺粉进行验收,核准其质量是否符合本标准的要求。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。

### 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 橡胶用硫磺粉产品的包装袋上应有明显、牢固的标志,内容包括:产品名称、产品等级、生产企业名称、生产企业地址、商标、批号或生产日期、净含量、本标准编号和符合 GB 190 规定的“易燃固体”标志。

6.2 橡胶用硫磺粉产品用内衬塑料薄膜袋的塑料编织袋包装,塑料编织袋应符合 GB/T 8946 的要求。内衬塑料袋的袋厚为 0.18 mm~0.25 mm,袋的容积应大于外包装。内袋的袋口双层扎口,外袋折叠后用机械缝合,针距不大于 10 mm。每袋净含量 25 kg 或 40 kg,或根据用户要求确定包装量。

6.3 橡胶用硫磺粉在运输过程中应防止泄漏出硫磺粉尘。

6.4 橡胶用硫磺粉应贮存在干燥、通风、阴凉的库房内,远离热源和火种,不可与卤素、金属粉末、碱性物质、氧化剂等混贮。

### 7 安全

7.1 橡胶用硫磺粉低毒、易燃,自燃温度为 205 ℃。硫磺粉尘易爆。堆放场所和仓库应设置专门的灭火器材,严禁明火。

7.2 发生硫磺粉引发火灾时,遇小火用砂土闷熄,遇大火可用干粉灭火器灭火,切勿将水直接喷射至熔融物,以免引起严重的流淌火灾或引起剧烈的沸溅。

7.3 从事橡胶用硫磺粉生产、运输、贮存及加工的工作人员,操作时应使用必要的防护用品。当空气中粉尘浓度较高时,应佩戴自吸过滤式防尘口罩。

附 录 A  
(资料性附录)

标准筛目数与筛孔尺寸对应关系表

表 A.1 给出了我国筛分常用标准筛的目数与泰勒制标准筛筛孔尺寸对应关系。

表 A.1 标准筛目数与泰勒制筛孔尺寸对应关系

目数	筛孔尺寸 /mm	目数	筛孔尺寸 /mm
4 目	4.75	45 目	0.355
5 目	4.00	50 目	0.300
6 目	3.35	60 目	0.250
7 目	2.80	70 目	0.212
8 目	2.36	80 目	0.180
10 目	2.00	100 目	0.150
12 目	1.70	120 目	0.125
14 目	1.40	140 目	0.106
16 目	1.18	170 目	0.090
18 目	1.00	200 目	0.075 0
20 目	0.850	230 目	0.063 0
25 目	0.710	270 目	0.053 0
30 目	0.600	325 目	0.045 0
35 目	0.500	400 目	0.037 4
40 目	0.425	—	—



中华人民共和国  
化工行业标准  
橡胶用硫磺粉

HG/T 4558—2013

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数14千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1638

BZ002103171



购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00元

版权所有 违者必究