



中华人民共和国国家标准

GB/T 38211—2019

硫 酰 氟

Sulfuryl fluoride

2019-12-10 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准起草单位:临海市利民化工有限公司、龙口市化工厂、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:王海霞、山其英、李望昌、王跃进、王玲苏、迟彩凤。

硫 酰 氟

1 范围

本标准规定了硫酰氟的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本标准适用于由硫酰氟及其生产中产生的杂质组成的硫酰氟。
注：硫酰氟的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

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 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 6681 气体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 15603 常用化学危险品贮存通则
- GB 17916 毒害性商品储存养护技术条件

3 要求

3.1 外观

常温常压下为无色无嗅气体，在受压或冷冻状态下为无色均相液体。

3.2 技术指标

硫酰氟还应符合表 1 要求。

表 1 硫酰氟控制项目指标

项 目	指 标
硫酰氟体积分数/% ≥	99.0
pH 范围	4.0~6.5

4 试验方法

警示——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。**pH**值的测定应在通风橱中进行。本标准并未指出所有的安全问题。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的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 6681 和 GB/T 1605—2001 中 5.3.4 进行。用随机方法,每批产品从任一钢瓶中抽取样品,抽样量应不少于 300 mL(钢瓶耐压不低于 5.0 MPa,充装系数为 1.0 kg/L)。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与硫酰氟标准气体在 $1\,800\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。硫酰氟标准气体红外光谱图见图 1。

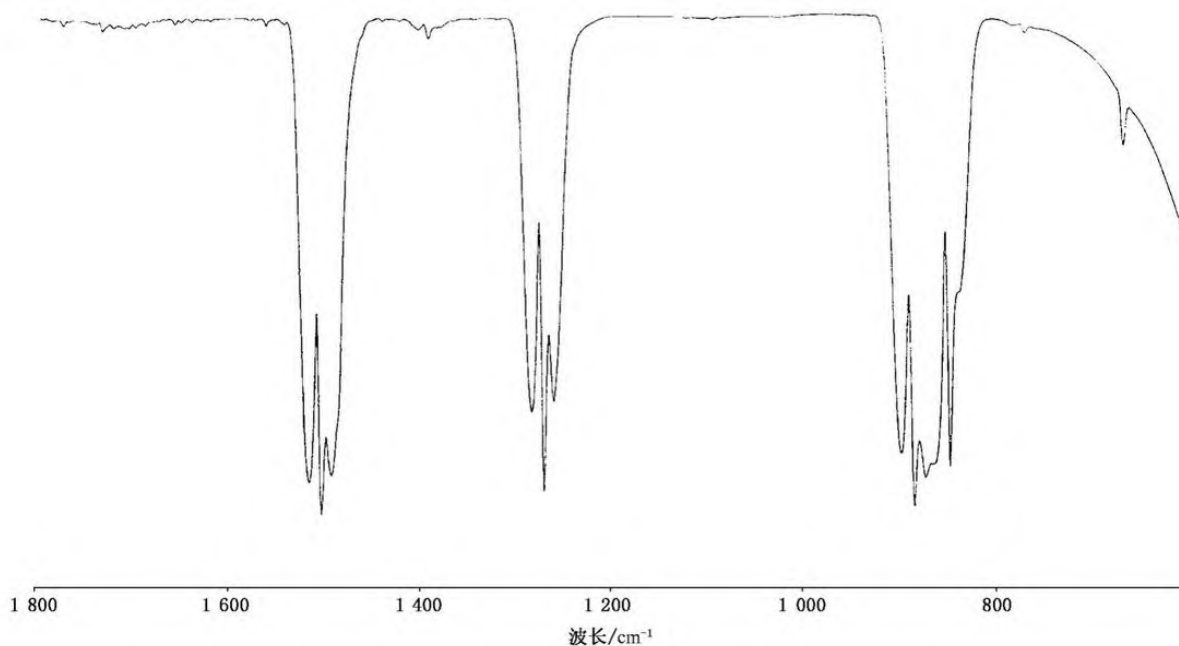


图 1 硫酰氟标准气体的红外光谱图

气相色谱法——在相同的色谱操作条件下,试样中主色谱峰的保留时间与硫酰氟标准气体中硫酰氟色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 硫酰氟体积分数的测定

4.4.1 方法提要

使用 2% 聚三氟氯乙烯蜡/401 有机担体为填充物的不锈钢柱和热导池检测器,对硫酰氟及其杂质进行色谱分离,面积归一法定量。

4.4.2 试剂和气体

固定液:聚三氟氯乙烯蜡。

载体:401 有机担体,粒径 $180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$ 。

载气:氢气,纯度大于 99.9%。

溶剂:乙醚或丙酮。

4.4.3 仪器

气相色谱仪:具有热导池检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱: $3\ \text{m}\times 4\ \text{mm}(\text{i.d.})$ 不锈钢柱,聚三氟氯乙烯蜡涂渍在 401 有机担体上,固定液:载体=2:100(或具有相同柱效的其他色谱柱)。

进样器:5 mL。

4.4.4 色谱柱的制备

4.4.4.1 固定液的涂渍

称取聚三氟氯乙烯蜡 0.5 g,用乙醚或丙酮溶解到烧杯中,然后将 25 g 载体倒入混匀,在红外灯下烘干备用。

4.4.4.2 色谱柱的填充

将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口,分次把制备好的填充物填入柱内,同时不断轻敲柱壁,直到填到离柱出口 1.5 cm 处为止,将漏斗移到色谱柱的入口,在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉,通过橡皮管接到真空泵上,开启真空泵,继续缓缓加入填充物,并不断轻敲柱壁,使其填充得均匀紧密,填充完毕,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧以保持填充物不被移动。(或外购具有相同柱效的其他色谱柱)

4.4.4.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连,出口端暂不接检测器,以 15 mL/min 的流速通入载气,分阶段升温到 150 °C,并在此温度下,至少老化 24 h。

4.4.5 气相色谱操作条件

温度(°C):柱温 100,气化室 150,检测器室 150。

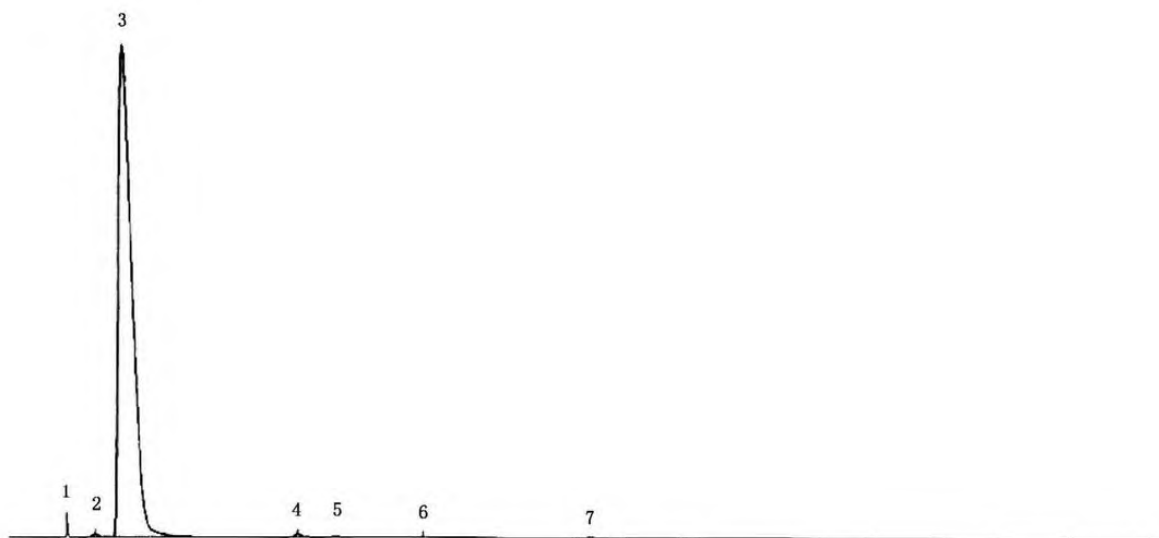
载气流速(mL/min):30。

进样体积(mL):2。

保留时间(min):空气 0.8、二氧化碳 1.3、硫酰氟 1.7、氯气 4.3、水 4.8、二氧化硫 6.9、硫酰氯氟 8.9。

停止时间(min):20。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的硫酰氟气相色谱图见图 2。



说明：

- 1——空气；
- 2——二氧化碳；
- 3——硫酰氟；
- 4——氯气；
- 5——水；
- 6——二氧化硫；
- 7——硫酰氯氟。

图 2 硫酰氟气相色谱图

4.4.6 测定步骤

在上述操作条件下,控制热导池电流约为 110 mA,待仪器基线稳定后,进气体样品 2 mL。(若用仪器所附的六通阀进样时,应先连接好仪器六通阀和取样小钢瓶之间的连管,缓缓打开取样钢瓶上的阀门,通入样品气清洗管道不少于 3 次,然后进样)

4.4.7 计算

硫酰氟体积分数按式(1)进行计算：

$$\varphi = \frac{A_0}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- φ ——硫酰氟的体积分数, %；
- A_0 ——硫酰氟色谱峰峰面积；
- A_i ——各组分色谱峰(不包含空气峰)的峰面积；
- $\sum A_i$ ——所有组分色谱峰(不包含空气峰)的峰面积之和。

4.4.8 允许差

硫酰氟体积分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2 %,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 试验仪器

多孔型气体洗瓶, 250 mL。

天平, 精度为 0.01 g。

酸度计, pH 的分度值为 0.01。

4.5.2 测定步骤

在洗气瓶中加入无二氧化碳蒸馏水 100 mL, 用橡皮管将洗气瓶与取样小钢瓶连接, 然后将小钢瓶置于天平上, 控制吸收气体流速为 300 mL/min 左右, 即 1 g/min 左右, 通入硫酰氟气体 1 g, 然后用酸度计测定吸收瓶中溶液的 pH 值。

4.5.3 允许差

pH 值三次平行测定结果之差应不大于 0.2, 取其算术平均值为测定结果。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下, 硫酰氟的质量保证期, 从生产日期算起为 2 年, 质量保证期内, 各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签、包装

硫酰氟的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定; 硫酰氟应用容积为 10 L、20 L、40 L、400 L、926 L 钢瓶包装, 钢瓶耐压不低于 5.0 MPa, 充装系数为 1.0 kg/L。钢瓶表面为银灰色, 产品名称为黑色字体, 并符合 GB 190 要求。

根据用户协议可以采用其他规格的包装, 但应符合 GB 3796 和 GB 190 的规定。

6.2 储运

硫酰氟应储存在干燥、阴凉、通风的仓库内, 严防潮湿和日晒, 避免与皮肤、眼睛接触, 防止由口鼻吸入。按 GB 15603 和 GB 17916 的相关规定进行保管养护, 不得与其他物品混储。

装有硫酰氟的钢瓶均应是带压容器, 在装卸作业时, 不应撞击、拖拉和摔落, 不得与其他物品混运。硫酰氟运输应符合国家的危险化学品运输相关管理规定。

附 录 A
(资料性附录)

硫酰氟的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分硫酰氟的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

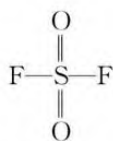
ISO 通用名称:Sulfuryl fluoride

CAS 登记号:[2699-79-8]

CIPAC 数字代号: 757

化学名称:硫酰氟

结构式:



实验式: SO_2F_2

相对分子质量:102.1

生物活性:杀虫

蒸气压 (21.1 °C): 1.7×10^6 Pa

熔点: -136.7 °C

沸点 (101 kPa): -55.2 °C

分配系数 (20 °C): $\text{Kow} \log P = 0.14$

相对密度 (20 °C, 液体):1.36

溶解度 (25 °C, 101 kPa, L/L): 水 750 (mg/kg)、乙醇 0.24~0.27、甲苯 2.1~2.2、四氯化碳 1.36~1.38

稳定性:对光稳定;干燥情况下加热到 500 °C 稳定;在碱溶液中迅速水解
