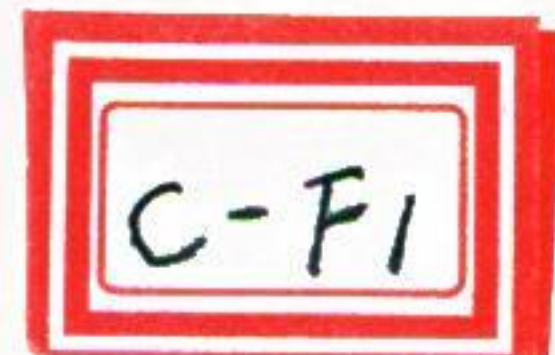


ICS 71.060.50
G 21



中华人民共和国国家标准

GB 535—1995

硫 酸 铵

Ammonium sulphate

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施



国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

硫 酸 铵

Ammonium sulphate

GB 535—1995

代替 GB 535—83
GB 4097.1~4097.9—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫酸铵的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于由合成氨与硫酸中和所制得的硫酸铵、炼焦所制得的副产硫酸铵和其他副产硫酸铵。
分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
相对分子质量：132.141(根据 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 611 化学试剂 密度测定通用方法
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8569 固体化学肥料包装

3 技术要求

3.1 硫酸铵质量应符合表 1 要求：

表 1 %

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	白色结晶,无可见机械杂质		
氮(N)含量(以干基计) $\geq$	21.0	21.0	20.5
水分(H_2O) $\leq$	0.2	0.3	1.0
游离酸(H_2SO_4)含量 $\leq$	0.03	0.05	0.20
铁(Fe)含量 ¹⁾ $\leq$	0.007	—	—
砷(As)含量 ¹⁾ $\leq$	0.000 05	—	—
重金属(以 Pb 计)含量 ¹⁾ $\leq$	0.005	—	—
水不溶物含量 ¹⁾ $\leq$	0.01	—	—

注：1) 硫酸铵作农业用时可不检验铁、砷、重金属和水不溶物含量等指标。

4 试验方法

分析中,除另有说明外,均使用分析纯试剂;所使用的水应符合 GB/T 6682 中三级水(仅测定 pH 值范围和电导率)规格;所有滴定分析用标准溶液按 GB/T 601 配制和标定;所有杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 配制;所有试验方法中所用试剂及制品按 GB/T 603 配制。

4.1 外观

目测。

4.2 氮含量的测定 蒸馏后滴定法(仲裁法)。

本方法等效采用 ISO 3332—75《工业用硫酸铵—氨态氮含量的测定—蒸馏后滴定法》。

4.2.1 方法提要

硫酸铵在碱性溶液中蒸馏出的氨,用过量的硫酸标准滴定溶液吸收,在指示剂存在下,以氢氧化钠标准滴定溶液回滴过量的硫酸。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠(GB/T 629),450 g/L 溶液;

4.2.2.2 硫酸(GB/T 625)标准滴定溶液, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$;

4.2.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$;

4.2.2.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂;

溶解 0.1 g 甲基红(HG/T 3—958)于 50 mL 乙醇(GB/T 679)中,再加入 0.05 g 亚甲基蓝,溶解后,用相同的乙醇稀释至 100 mL。

4.2.2.5 硅脂或其他不含氮的润滑脂。

4.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和:

4.2.3.1 蒸馏仪器

本方法使用的仪器如图 1 所示:

- a. 蒸馏瓶(A):容积为 1 L;
- b. 防溅球管(B):平行地插入滴液漏斗(C);
- c. 滴液漏斗(C):容积为 50 mL;
- d. 直形冷凝管(D):有效长度约 400 mm;
- e. 吸收瓶(E):容积为 500 mL,瓶侧连接双连球。

4.2.3.2 防暴沸石或防暴沸装置,后者由一根长 100 mm,直径 5 mm 玻璃棒接上一根长 25 mm 聚乙烯管。

4.2.4.1 试样溶液的制备

4.2.4.2 蒸馏

从量瓶(4.2.4.1)中吸取 50.0 mL 试液于蒸馏瓶(A)中,加入约 350 mL 水和几粒防暴沸石(或防暴装置:将聚乙烯管接触烧瓶底部)。

用单标线吸管加入 50 mL 硫酸标准滴定溶液于吸收瓶(E)中,并加入 80 mL 水和 5 滴混合指示剂溶液。

用硅脂涂抹仪器接口,按图 1 安装蒸馏仪器,并确保仪器所有部分密封。

通过滴液漏斗(C)往蒸馏瓶(A)中注入氢氧化钠溶液(4.2.2.1)20 mL,注意滴液漏斗中至少留有几毫升溶液。

加热蒸馏,直至吸收瓶(E)中的收集量达到 250~300 mL 时停止加热,打开滴液漏斗(C),拆下防溅球管(B),用水冲洗冷凝管(D),并将洗涤液收集在吸收瓶(E)中,拆下吸收瓶。

4.2.4.3 滴定

将吸收瓶(E)中溶液混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.2.3)回滴过量的硫酸标准滴定溶液,直至指示剂呈灰绿色为终点。

4.2.4.4 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按 4.2.4.1~4.2.4.3 完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

4.2.5 分析结果的表述

氮(N)含量(x_1 ,以干基计),以质量百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(V_2 - V_1)c \times 0.014\ 01}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{100 - x_{H_2O}}{100}} \times 100$$

$$= \frac{(V_2 - V_1)c \times 1\ 401}{m(100 - x_{H_2O})} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——测定时使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

x_{H_2O} ——试样中水的百分含量;

0.014 01——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氮的质量。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于 0.06%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.12%。

4.3 氮含量的测定 甲醛法

4.3.1 方法提要

在中性溶液中,铵盐与甲醛作用生成六次甲基四胺和相当于铵盐含量的酸,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氢氧化钠(GB/T 629), 4 g/L 溶液;

4.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$;

4.3.2.3 甲醛, 250 g/L 溶液;

按附录 A 配制和测定。

4.3.2.4 甲基红(HG/T 3—958)指示液, 1 g/L 乙醇(GB/T 678)溶液;

4.3.2.5 酚酞(GB/T 10729)指示液, 10 g/L 乙醇(GB/T 678)溶液。

4.3.3 分析步骤

4.3.3.1 试样溶液的制备

称取 1 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加 100~120 mL 水溶解,再加 1 滴甲基红指示剂溶液,用氢氧化钠溶液(4.3.2.1)调节至溶液呈橙色。

4.3.3.2 测定

加入 15 mL 甲醛溶液至试液(4.3.3.1)中,再加入 3 滴酚酞指示剂溶液,混匀。放置 5 min,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.3.2.2)滴定至浅红色,经 1 min 不消失(或滴定至 pH 计指示 pH8.5)为终点。

4.3.3.3 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按 4.3.3.1 和 4.3.3.2 完全相同的分析步骤,试剂和用量进行平行操作。

4.3.4 分析结果的表述

氮(N)含量(x_2 ,以干基计),以质量百分数(%)表示,按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.014\ 01}{m \times \frac{100 - x_{H_2O}}{100}} \times 100$$

$$= \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 140.1}{m(100 - x_{H_2O})} \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——测定时使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

x_{H_2O} ——试样中水的百分含量;

0.014 01——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氮的质量。

4.3.5 允许差

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不大于 0.06%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.12%。

4.4 水分的测定 重量法

4.4.1 方法提要

在一定温度的电热恒温干燥箱内, 将试样烘干至恒重, 然后测定试样减少的质量。本方法适用于所取试样中水分质量不小于 0.001 g。

4.4.2 仪器、设备

一般实验室仪器和:

4.4.2.1 带盖磨口称量瓶, 直径 50 mm, 高 30 mm;

4.4.2.2 电热恒温干燥箱, 能维持温度 $105 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.4.3 分析步骤

称取 5 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于预先在 $105 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的称量瓶(4.4.2.1)中, 将称量瓶盖稍微打开, 置称量瓶于干燥箱中接近于温度计的水银球水平位置上, 在 $105 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的温度中干燥 30 min 后, 取出称量瓶, 盖上盖子, 在干燥器中冷却至室温称重, 重复操作, 直至恒重。取最后一次测量值作为测定结果。

4.4.4 分析结果的表述

水分(H_2O)(x_3), 以质量百分数(%)表示, 按式(3)计算:

$$x_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——称量瓶及试样在干燥前质量, g;

m_2 ——称量瓶及试样在干燥后质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

4.5 游离酸含量的测定 容量法

本方法等效采用 ISO 2993—74《工业用硫酸铵—游离酸度的测定—滴定法》。

4.5.1 方法提要

试样溶液中的游离酸, 在指示剂存在下, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氢氧化钠(GB/T 629)标准滴定溶液, $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$;

4.5.2.2 盐酸(GB/T 622)溶液, $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$;

4.5.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂¹⁾

配制方法同 4.2.2.4。

4.5.2.4 分析中用的水

在 1 000 mL 水中,加 2~3 滴指示剂溶液(4.5.2.3),如溶液不呈灰绿色,则用氢氧化钠溶液(4.5.2.1)或盐酸溶液(4.5.2.2),调节至溶液呈灰绿色(或酸度计指示在 pH5.4~5.6)。

4.5.3 仪器、设备

一般实验室仪器和:

4.5.3.1 微量滴定管,5 mL,分度值 0.02 mL;

4.5.3.2 酸度计。

4.5.4 分析步骤

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水(4.5.2.4)溶解,如果溶液混浊,可用中速滤纸过滤,用水(4.5.2.4)洗涤烧杯和滤纸,收集滤液于 250 mL 的锥形瓶中。

加 1~2 滴指示剂溶液于滤液中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至灰绿色为终点。

若试液有色,终点难以观察,也可滴定至酸度计指示 pH5.4~5.6 为终点。

4.5.5 分析结果的表述

游离酸(H_2SO_4)含量(x_4),以质量百分数(%)表示,按式(4)计算:

$$x_4 = \frac{cV \times 0.0490}{m} \times 100 = \frac{cV \times 4.90}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

V ——测定时使用氢氧化钠标准滴定溶液体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.049 0——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸的质量。

4.5.6 允许差

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不大于:

游离酸含量, %	绝对差值, %
≤ 0.05	0.005
> 0.05	0.01

不同实验室测定结果的绝对差值不大于:

游离酸含量, %	绝对差值, %
≤ 0.05	0.01
> 0.05	0.02

4.6 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

4.6.1 方法提要

试样中的铁用盐酸溶解后,以抗坏血酸将三价铁还原为二价铁,在缓冲介质(pH2~9)中,二价铁与邻菲罗啉生成橙红色配合物,在最大吸收波长 510 nm 处,用分光光度计测定其吸光度。本方法适用于测定铁含量在 10~100 μg 范围内的试液。

4.6.2 试剂和材料

采用说明:

1) ISO 2993—74 采用甲基紫(pH5.2~5.6)或其他相同 pH 值范围的指示剂,本标准采用甲基红-亚甲基蓝混合指示剂(变色点 pH5.4)。

- 4.6.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液, $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$;
- 4.6.2.2 硫酸(GB/T 625);
- 4.6.2.3 氨水(GB/T 631), 1+2 溶液;
- 4.6.2.4 抗坏血酸溶液, 100 g/L, 该溶液一周内稳定;
- 4.6.2.5 乙酸(GB/T 676)-乙酸钠(GB/T 693)缓冲溶液, $\text{pH} \approx 4.5$;
- 4.6.2.6 邻菲罗啉(GB/T 1293)溶液, 1 g/L;

该溶液避光保存, 仅能使用无色溶液。

- 4.6.2.7 铁标准溶液, 0.100 g/L;

称取 0.863 g 硫酸铁铵(GB/T 1279), 精确至 0.001 g, 溶于 200 mL 水中, 加 10 mL 硫酸(4.6.2.2), 定量转移到 1 000 mL 量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 mg 铁。

- 4.6.2.8 铁标准溶液, 0.010 g/L;

吸取 50.0 mL 铁标准溶液(4.6.2.7)于 500 mL 量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁, 使用时制备。

- 4.6.3 仪器、设备

一般实验室仪器和:

- 4.6.3.1 分光光度计, 带有 3 cm 光路长度的吸收池;
- 4.6.3.2 广范 pH 试纸或 pH 计。

- 4.6.4 分析步骤

- 4.6.4.1 标准曲线的绘制

- a. 标准比色溶液的制备

按表 2 所示, 在一系列 100 mL 烧杯中, 分别加入给定体积的铁标准溶液(4.6.2.8)。

表 2

铁标准溶液(4.6.2.8) mL	相应的铁含量 μg	铁标准溶液(4.6.2.8) mL	相应的铁含量 μg
0	0	6.0	60
1.0	10	8.0	80
2.0	20	10.0	100
4.0	40		

每个烧杯都按下述规定同时同样处理:

加水至 30 mL, 用盐酸溶液(4.6.2.1)或氨水溶液(4.6.2.3)调节溶液的 pH 值接近 2, 定量地将溶液转移到 100 mL 量瓶中, 加 1 mL 抗坏血酸溶液, 20 mL 缓冲溶液和 10.0 mL 邻菲罗啉溶液, 用水稀释至刻度, 混匀, 放置 15~30 min。

- b. 光度测定

用 3 cm 吸收池, 以铁含量为零的溶液作为参比溶液, 在波长 510 nm 处, 用分光光度计测定标准比色溶液(4.6.4.1 a.)的吸光度。

- c. 绘制标准曲线

以 100 mL 标准比色溶液中所含铁的微克数为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 作图。

- 4.6.4.2 测定

- a. 试样溶液的制备

称取 10 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加少量水溶解后, 加入 10 mL 盐酸溶液(4.6.2.1), 加热煮沸 2 min, 冷却后定量转移到 100 mL 量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。

- b. 显色

吸取 10.0 mL 试液(4.6.4.2a.)于 100 mL 烧杯中,按 4.6.4.1a.规定的,从“加水至 30 mL……”开始,至“……放置 15~30 min”止,进行显色。

c. 光度测定

与 4.6.4.1b.规定的步骤相同,测定试液的吸光度。

从标准曲线(4.6.4.1c.)查出试液吸光度对应的铁质量(μg)。

4.6.5 铁(Fe)含量(x_5),以质量百分数(%)表示,按式(5)计算:

$$x_5 = \frac{m_0}{m \times \frac{10}{100} \times 10^6} \times 100 = \frac{m_0}{m \times 10^3} \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_0 ——所取试液中测得的铁(Fe)质量, μg ;

m ——试样的质量, g。

4.6.6 允许差

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不大于 0.000 5%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.001 0%。

4.7 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(仲裁法)

本方法等效采用 ISO 5786—78《工业用硫酸铵—砷含量的测定—二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法》。

4.7.1 方法提要

在酸性介质中,碘化钾、氯化亚锡和金属锌将砷还原为砷化氢,与二乙基二硫代氨基甲酸银的吡啶溶液生成紫红色胶态银,在最大吸收波长 540 nm 处,测定其吸光度。本方法适用于测定砷含量在 1~20 μg 范围内的试液。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸(GB/T 622);

4.7.2.2 无砷金属锌粒(GB/T 2304);

4.7.2.3 碘化钾(GB/T 1272)溶液, 150 g/L;

4.7.2.4 氯化亚锡(GB/T 638), 400 g/L 盐酸溶液;

溶解 40 g 氯化亚锡在 25 mL 水和 75 mL 盐酸(4.7.2.1)的混合液中。

4.7.2.5 二乙基二硫代氨基甲酸银〔简称 Ag(DDTC)〕-吡啶(GB/T 689)溶液, 5 g/L;

溶解 1 g Ag(DDTC)于吡啶中,并用同样吡啶稀释至 200 mL。贮于棕色瓶内,该溶液在两周内稳定。

4.7.2.6 砷标准溶液, 0.100 g/L;

此溶液 1 mL 含砷 100 μg 。

4.7.2.7 砷标准溶液, 0.002 5 g/L;

吸取 25.0 mL 砷标准溶液(4.7.2.6)于 1 000 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 2.5 μg ,使用时制备。

4.7.2.8 乙酸铅(HG/T 3—974)棉花;

4.7.3 仪器、设备

测定砷所用玻璃容器,必须用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤,再以水清洗干净,干燥备用。

一般实验室仪器和:

4.7.3.1 定砷仪

如图 2 所示,或其他经实验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的定砷仪。

a. 锥形瓶(A):容积 100 mL,用于砷的释放;

b. 连接管(B):使用前装入乙酸铅棉花;

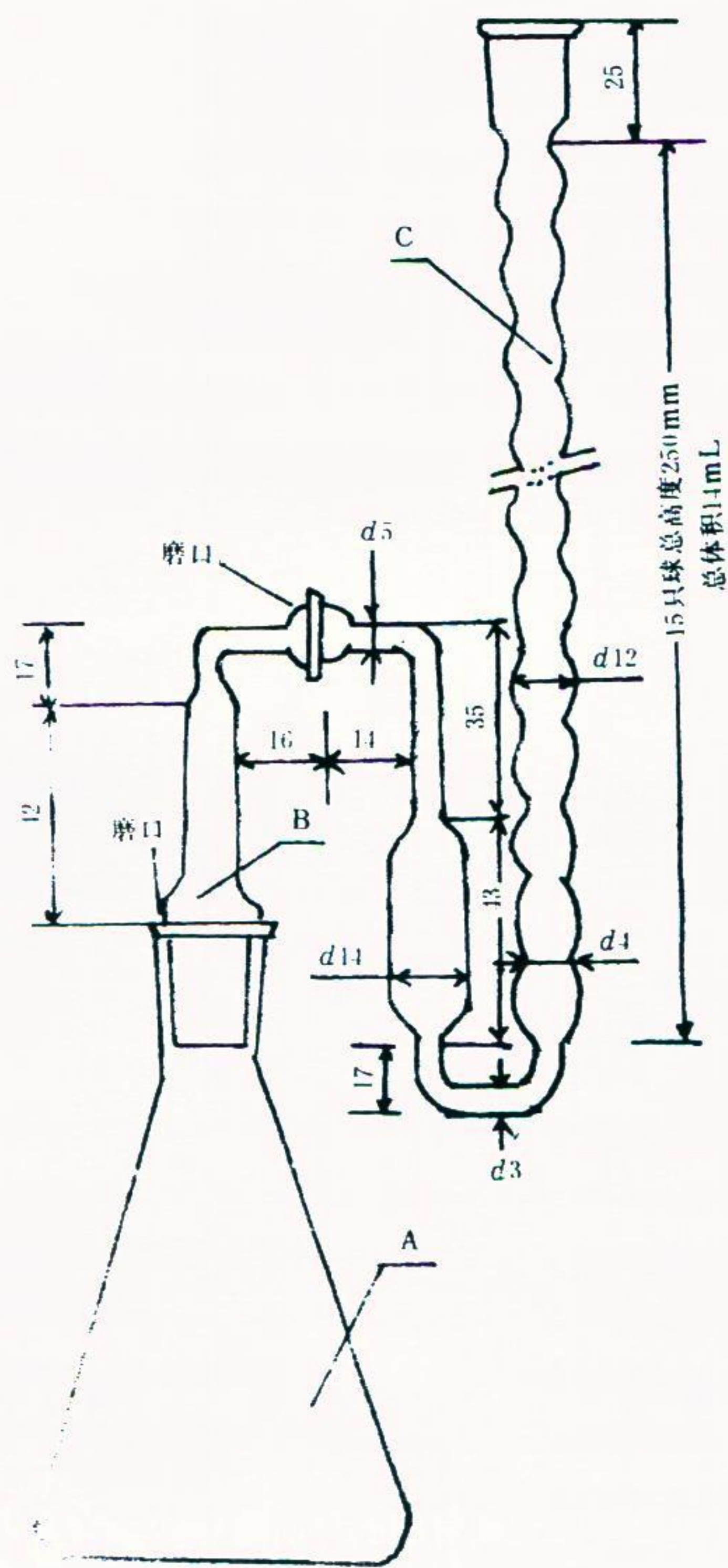


图 2 定砷仪

4.7.4 分析步驟

由于吡啶具有恶臭,操作应在通风橱中进行。

4.7.4.1 标准曲线的绘制

a. 标准比色溶液的制备

按表 3 所示,吸取砷标准溶液(4.7.2.7)分别置于 6 个锥形瓶(A)(4.7.3.1a.)中。

表 3

砷标准溶液(4.7.2.7) mL	相应砷含量 μg	砷标准溶液(4.7.2.7) mL	相应砷含量 μg
0	0	4.0	10.0
1.0	2.5	6.0	15.0
2.0	5.0	8.0	20.0

各锥形瓶(A)用水稀释至 50 mL,加入 15 mL 盐酸(4.7.2.1),然后依次加入 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液,混匀,放置 15 min。

置少量乙酸铅棉花于连接管(B)(4.7.3.1b.)中,以吸收硫化氢。

吸取 5.0 mL Ag(DDTC)-吡啶溶液到 15 球管吸收器(C)(4.7.3.1c.)中,按图 2 连接仪器,磨口玻璃吻合处在反应过程中应保持密封。

称量 5 g 锌粒加入锥形瓶中,迅速连接好仪器,使反应进行约 45 min,移去吸收器,充分混匀溶液所生成的紫红色胶态银。

b. 光度测定

以砷含量为零的溶液为参比溶液,用 1 cm 吸收池,在波长 540 nm 处,用分光光度计测定标准比色溶液(4.7.4.1a.)的吸光度。

c. 绘制标准曲线

以 5.0 mL Ag(DDTC)-吡啶溶液吸收液(4.7.2.5)中所含砷的微克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.7.4.2 测定

a. 试样溶液的制备

称取 20 g 试样,精确至 0.001 g,置于锥形瓶(A)中,加水 50 mL,混匀使其完全溶解,加 15 mL 盐酸(4.7.2.1),使所得溶液盐酸的浓度约为 $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/L}$,混匀。

b. 显色与光度测定

在试液(4.7.4.2a.)中,加入 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液,混匀后放置 15 min。

以下按 4.7.4.1a. 和 4.7.4.1b. 规定的操作步骤,从“置少量乙酸铅棉花于连接管(B)……”开始,直至“……用分光光度计测定溶液的吸光度”为止,完成测定。

从标准曲线(4.7.4.1c.)查出试液吸光度对应的砷质量(μg)。

4.7.5 砷(As)含量(x_6),以质量百分数(%)表示,按式(6)计算:

$$x_6 = \frac{m_0}{m \times 10^6} \times 100 = \frac{m_0}{m \times 10^4} \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_0 ——试液中测得的砷(As)质量, μg ;

m ——试样的质量, g。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.8 砷含量的测定 砷斑法

4.8.1 方法提要

在酸性介质中,碘化钾、氯化亚锡和金属锌将试液中的砷还原为砷化氢,再与溴化汞试纸接触反应,生成黄色色斑深浅与砷的一系列标准色斑比较,求出试样中砷含量。本方法适用于测定砷含量在 0.5~5 μg 范围内的试液。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 盐酸(GB/T 622);

4.8.2.2 无砷金属锌粒(GB/T 2304);

4.8.2.3 碘化钾(GB/T 1272)溶液,150 g/L;

4.8.2.4 氯化亚锡(GB/T 638),400 g/L 盐酸溶液;

配制方法同 4.7.2.4。

4.8.2.5 砷标准溶液,0.100 g/L;

此溶液 1 mL 含砷 100 μg 。

4.8.2.6 砷标准溶液,0.002 5 g/L;

吸取 25.0 mL 砷标准溶液(4.8.2.5)于 1 000 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 2.5 μg ,使用时制备。

4.8.2.7 乙酸铅(HG/T 3—974)棉花;

4.8.2.8 溴化汞(GB/T 1398)试纸;

4.8.3 仪器、设备

测定砷所用玻璃容器,必须用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤,再以水清洗干净,干燥备用。

一般实验室仪器和:

4.8.3.1 定砷器

如图 3 所示,或其他经实验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的定砷器。

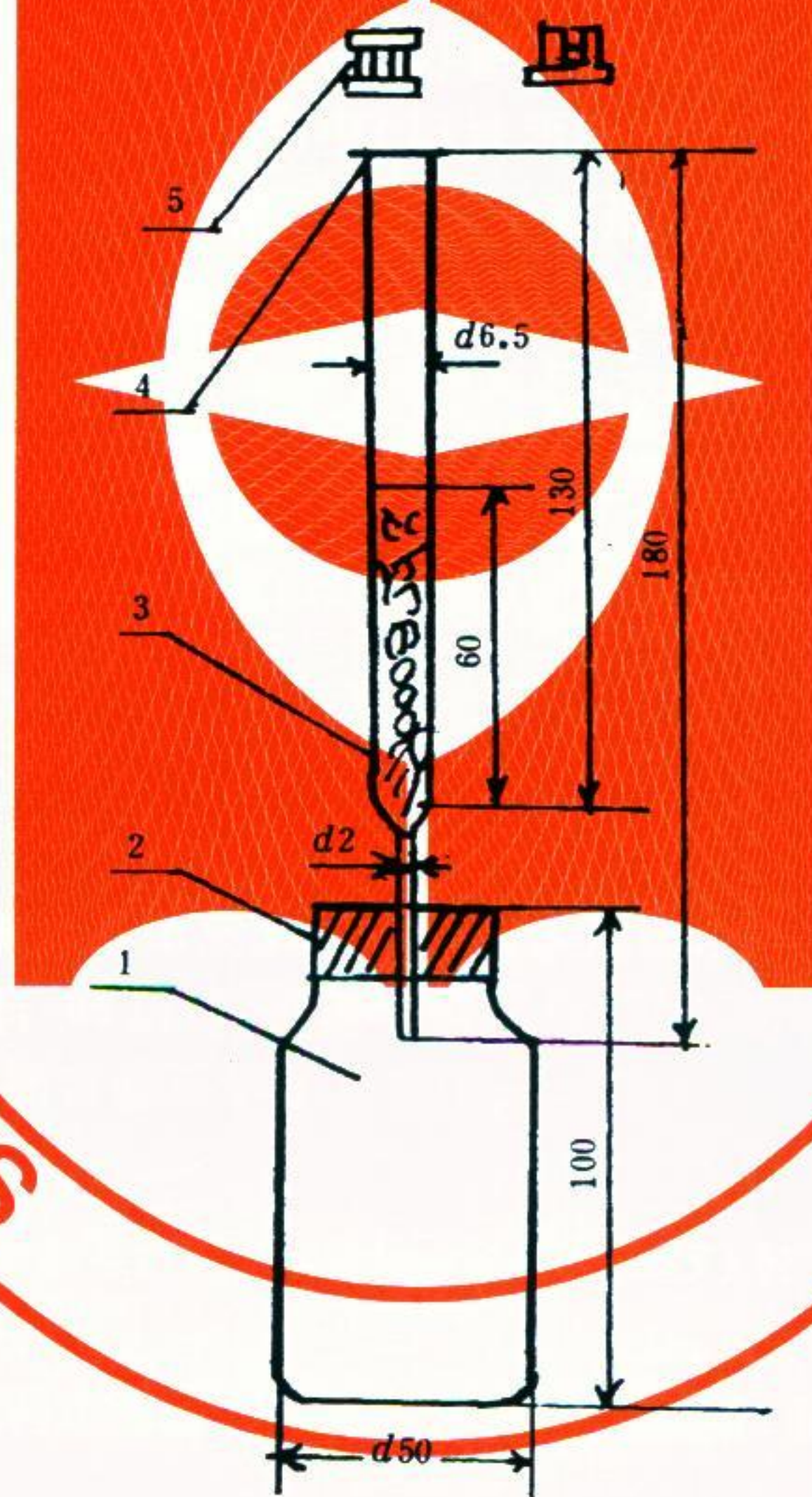


图 3 定砷器

a. 广口瓶或磨口锥形瓶(1):容积 200 mL;

b. 胶塞或磨口塞(2);

c. 玻璃管(3):长 180 mm,上部直径为 6.5 mm,管的末端有一直径约为 2 mm 的孔,使用前玻璃管内装入乙酸铅棉花,高约 60 mm;

d. 玻璃管上端管口(4):上端管口表面磨平,下面有 4 个耳钩,供固定玻璃帽用;

e. 玻璃帽(5):下面磨平,中央有孔与玻璃管相通,孔直径 6.5 mm,上面有弯月形凹槽。

使用时,将溴化汞试纸夹在玻璃管上端管口(4)与玻璃帽(5)中间,用橡皮圈将其固定。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 试样溶液的制备

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于锥形瓶(1)(4.8.3.1a.)中,加水 50 mL,混匀使其完全溶解,加 15 mL 盐酸(4.8.2.1),混匀。

4.8.4.2 标准色阶的制备

制备试液的同时,按表 4 所示,吸取砷标准溶液(4.8.2.6)分别置于 5 个锥形瓶(1)中,加水至 50 mL,加 15 mL 盐酸(4.8.2.1),混匀。

4.8.4.3 测定

对各锥形瓶(1)依次加入 2 mL 碘化钾溶液,2 mL 氯化亚锡溶液,混匀后放置 15 min。

表 4

砷标准溶液(4.8.2.6) mL	相应砷含量 μg	砷标准溶液(4.8.2.6) mL	相应砷含量 μg
0	0	1.5	3.75
0.5	1.25	2.0	5.00
1.0	2.50		

置乙酸铅棉花于玻璃管(3)(4.8.3.1c.)内,以吸收硫化氢。

将溴化汞试纸固定,称量 5 g 锌粒置于锥形瓶(1)中,按图 3 装好仪器,使反应在暗处进行 1~1.5 h。取下溴化汞试纸,以试样的溴化汞试纸颜色与砷标准溶液系列色阶比较,求出试样中砷质量。

4.8.5 分析结果的表述

砷(As)含量(x_7),以质量百分数(%)表示,按式(7)计算:

$$x_7 = \frac{m_0}{m \times 10^5} \times 100 = \frac{m_0}{m \times 10^3} \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_0 ——与标准色阶比较,测得的砷质量, μg ;

m ——试样的质量, g。

4.9 重金属含量的测定 目视比浊法

4.9.1 方法提要

在弱酸性介质(pH3~4)中,硫化氢水溶液与试液中硫化氢组重金属生成硫化物,再与铅的标准色阶比较,以测定重金属(以 Pb 计)的含量。本方法适用于重金属(以 Pb 计)含量在 15~100 μg 范围内的试液。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 乙酸(GB/T 676)溶液, $c(\text{CH}_3\text{COOH})=1 \text{ mol/L}$;

量取 58 mL 乙酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.9.2.2 饱和硫化氢水溶液

4.9.2.3 铅标准溶液, 0.1 g/L;

此溶液 1 mL 含铅 100 μg 。

4.9.2.4 铅标准溶液, 0.01 g/L;

吸取 10.0 mL 铅标准溶液(4.9.2.3)于 100 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铅 10 μg ,使用时制备。

4.9.3 仪器、设备

一般实验室仪器和:

4.9.3.1 比色管: 50 mL, 带有磨口玻璃盖。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试样溶液的制备

称取 20 g 试样,精确至 0.1 g,置于 150 mL 烧杯中,加少量水溶解(必要时过滤),定量转移到 200 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.9.4.2 标准色阶的制备

按表 5 所示,吸取铅标准溶液(4.9.2.4)分别置于 6 支比色管(4.9.3.1)中,并于比色管中分别加入 10.0 mL 试液(4.9.4.1),用水稀释至 30 mL,加 1 mL 乙酸溶液,10 mL 新制备的饱和硫化氢水溶液,用水稀释至 50 mL,混匀,放置 10 min。

表 5

铅标准溶液(4.9.2.4) mL	相应的铅含量 μg	铅标准溶液(4.9.2.4) mL	相应的铅含量 μg
0	0	3.0	30
1.0	10	4.0	40
2.0	20	5.0	50

4.9.4.3 测定

用单标线吸管移取 20 mL 试液(4.9.4.1)于比色管中,加 1 mL 乙酸溶液,10 mL 新制备的饱和硫化氢水溶液,用水稀释至 50 mL,混匀,放置 10 min,与铅标准色阶(4.9.4.2)比较,求出试样中重金属质量。

4.9.5 分析结果的表述

重金属(以 Pb 计)含量(x_8),以质量百分数(%)表示,按式(8)计算:

$$x_8 = \frac{m_0}{m \times \frac{20-10}{200} \times 10^6} \times 100 = \frac{2m_0}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (8)$$

式中: m_0 ——与标准色阶比较测得的重金属(以 Pb 计)质量,μg;

m ——试样的质量,g。

4.10 水不溶物含量的测定 重量法

本方法等效采用 ISO 2994—74《工业用硫酸铵—水不溶物含量的测定—重量法》。

4.10.1 方法提要

用水溶解试样,将不溶物滤出,用水洗涤残渣,使之与样品主体完全分离,干燥后称量水不溶物质量。本方法适用于试样中水不溶物含量不小于 0.001 g。

4.10.2 试剂和材料

氯化钡(GB/T 652)溶液,250 g/L;

4.10.3 仪器、设备

用于测定水不溶物的玻璃坩埚式滤器,用毕后,浸入热的硫酸-重铬酸钾洗液中,待水不溶物残渣溶解后,取出用水洗净,干燥备用。

4.10.3.1 玻璃坩埚式滤器,4 号,孔径 4~16 μm,容积 30 mL;

4.10.3.2 电热恒温干燥箱,能维持温度 110±5℃。

4.10.4 分析步骤

4.10.4.1 试样溶液的制备

称取 100 g 试样,精确至 0.1 g,置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水溶解,保持温度 20~30℃²⁾。

4.10.4.2 测定

采用说明:

2) ISO 2994—74 试样溶解温度保持 20~25℃,本标准试样溶解温度保持 20~30℃。

用预先在 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器(4.10.3.1)过滤试液(4.10.4.1),用水充分洗涤坩埚及烧杯,直至用氯化钡溶液检验洗涤水中没有白色沉淀为止。

在 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥坩埚和内容物 1 h,在干燥器中冷却至室温、称重。重复操作,直至两次连续称量之差不大于 0.001 g 为止。取最后一次测量值作为测量结果。

4.10.5 分析结果的表述

水不溶物含量(x_9),以质量百分数(%)表示,按式(9)计算:

$$x_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: m_1 ——水不溶物和坩埚的质量, g;

m_2 ——坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.10.6 允许差

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不大于 0.003%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.006%。

5 检验规则

5.1 硫酸铵应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的硫酸铵符合本标准的要求,每批出厂的硫酸铵都应附有一定格式的质量证明书,证明书包括下列内容:生产厂名称、产品名称、商标、产品等级、批号或生产日期、产品净重和本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准规定对所收到的硫酸铵进行质量检验,核验其指标是否符合本标准的要求。

5.3 硫酸铵按批检验,每批重量不超过 150 t。

5.4 袋装的硫酸铵按表 6 规定选取采样袋数:

表 6

总的包装袋数	采样袋数	总的包装袋数	采样袋数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

总的包装袋数大于 512 袋时,按 $3 \times \sqrt[3]{n}$ (n 为每批产品总的包装袋数)计算采样袋数,如遇有小数时,则进为整数。

采样时,用采样器从袋口一边斜插至对边袋深的 $3/4$ 处采取均匀样品,每袋采取样品不少于 0.1 kg,所取样品总量不得少于 2 kg。

硫酸铵也可以用自动采样器,勺子或其他合适的工具,从皮带运输机上随机的或按一定的时间间隔采取截面样品,每批所取样品不得少于 2 kg。

5.5 将所采取的样品合并一起,混匀,用缩分器或四分法,缩分为 1 kg 的均匀试样,分装于两个清洁、干燥、带磨口的广口瓶、聚乙烯瓶或其它具密封性能的容器中。容器上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品

名称、批号、采样日期和采样人姓名,一份供检验用,另一份作为保留样品。保留期两个月,以供查验。

5.6 本标准采用 GB 1250 中规定的“修约值比较法”判断检验结果是否符合标准。

5.7 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍数量的包装袋中采样进行复验,复验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批硫酸铵为不合格品。

5.8 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按《中华人民共和国产品质量法》有关规定仲裁。仲裁时按本标准规定进行。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 硫酸铵应用多层袋(外袋塑料编织袋,内袋聚乙烯薄膜袋)或复合塑料编织袋(塑料编织布/膜)包装。包装的技术要求、包装材料应符合 GB 8569 的有关规定。

6.2 每袋净重 50 ± 0.5 kg 或 20 ± 0.2 kg,每批产品的每袋平均净重不得低于 50.0 kg 或 20.0 kg。

6.3 硫酸铵包装袋上应标明生产厂名称、地址、产品名称、商标、净重和本标准编号。

6.4 硫酸铵可用汽车、火车、轮船等交通工具运输,在运输过程中应防潮和防包装袋破损。

6.5 硫酸铵应贮存于平整、阴凉、通风干燥的仓库内,严禁与石灰、水泥等碱性物质接触或同库存放,包装件堆置高度应小于 7 m。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫 酸 铵

GB 535—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1¼ 字数 33 千字
1996年8月第一版 1996年8月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-12544 定价 13.00 元

*

标 目 289—025



GB 535-1995