

中华人民共和国国家标准

GB 535 1995

硫 酸 铵

代替 GB 535 83
GB 4097.1~4097.9 83

Ammonium sulphate

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。本标准不适用于火电厂脱硫法或其它烟气脱硫法生产的副产硫酸铵产品。

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。

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

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。

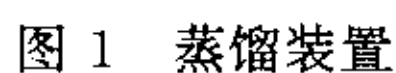
4.2.3 仪器、设备

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。



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:

$$x_1 = \frac{(V_2 - V_1)c \times 0.01401}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{100 - x_{H_2O}}{100}} \times 100$$

$$= \frac{(V_2 - V_1)c \times 1.401}{m(100 - x_{H_2O})} \quad \dots\dots\dots(1)$$

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;

0.01401——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 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

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 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 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 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 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:

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

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;

c. 15 球管吸收器(C):总高度约 250 mm,总体积 14 mL。

4.7.3.2 分光光度计,带有 1 cm 光路长度的吸收池。

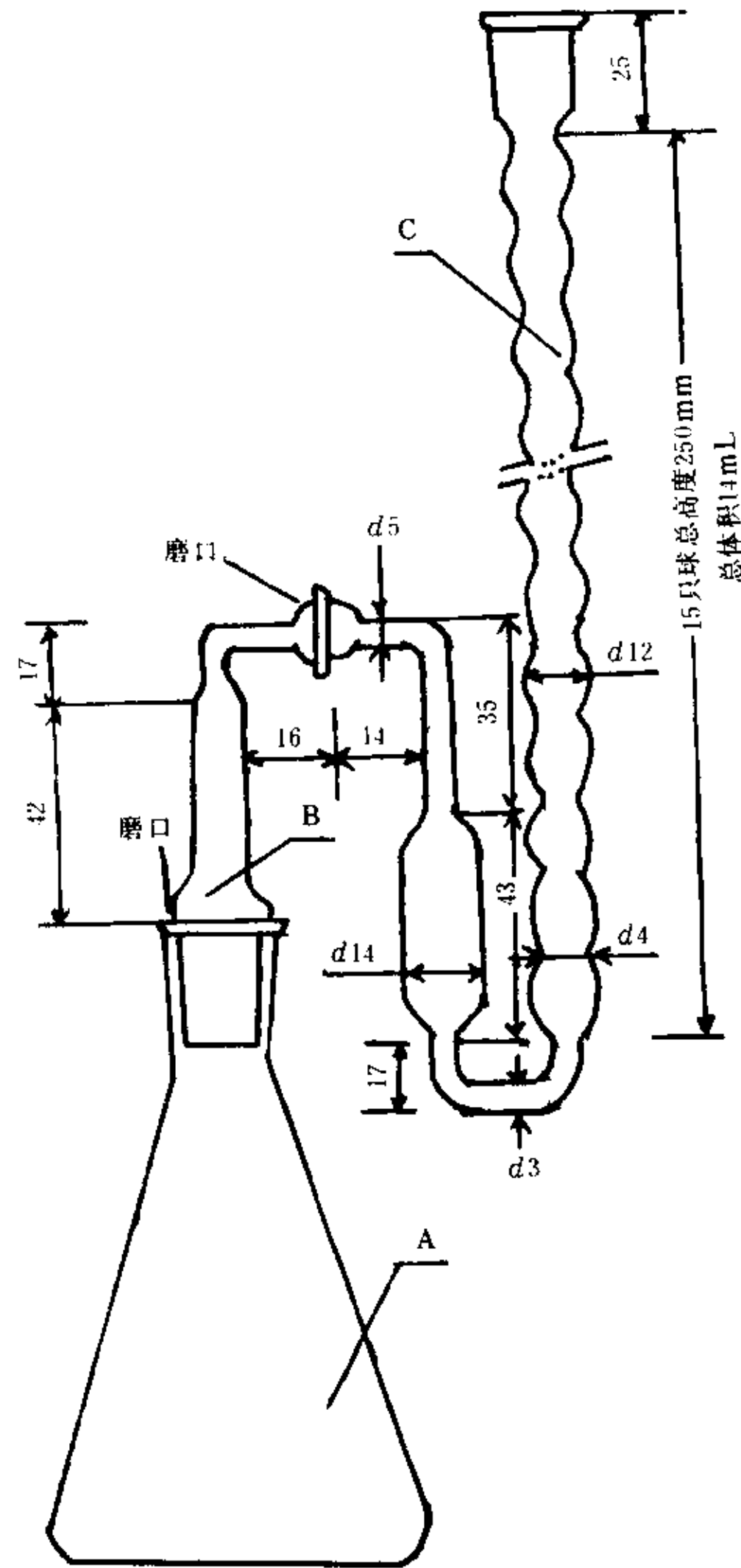


图 2 定砷仪

4.7.4 分析步骤

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_s),以质量百分数(%)表示,按式(6)计算:

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

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。

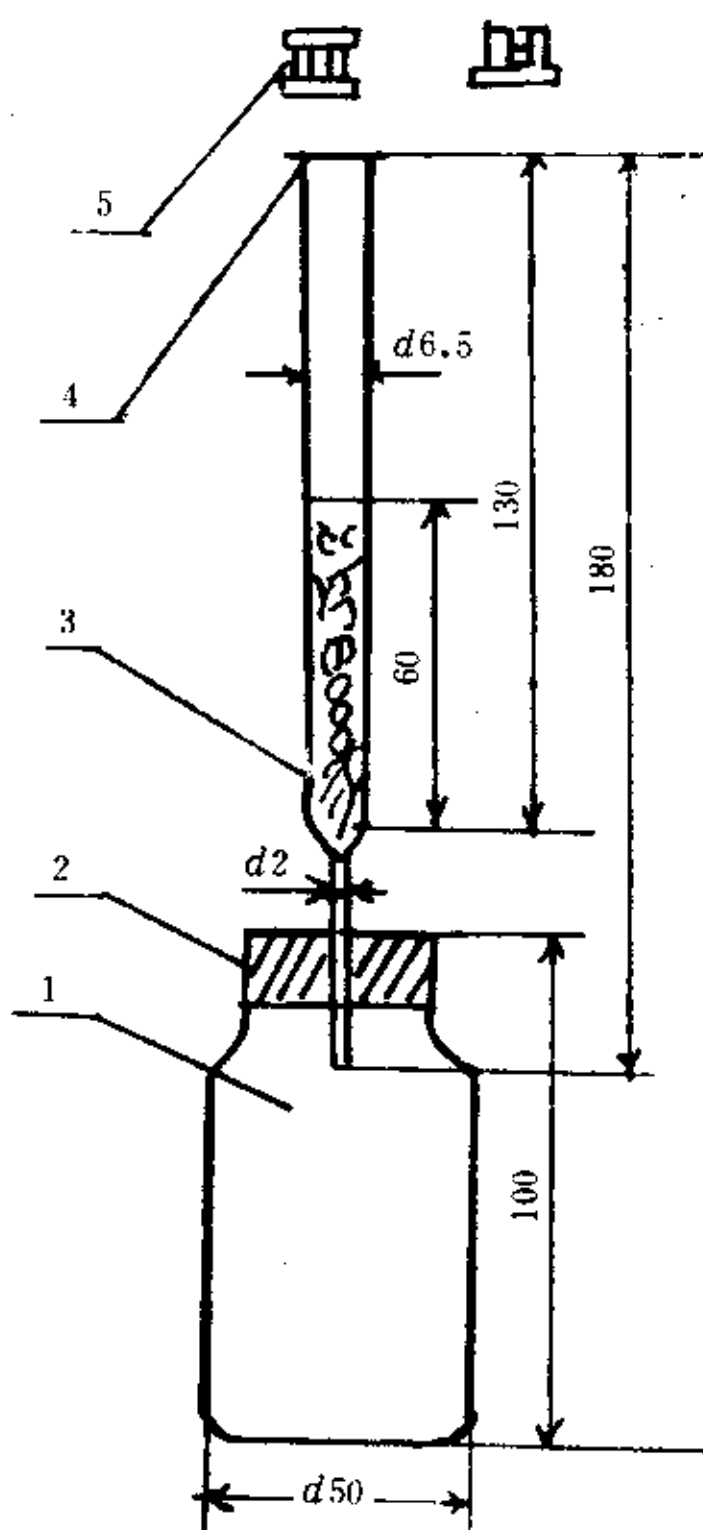


图 3 定砷器

- 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:

$$x_7 = \frac{m_0}{m \times 10^6} \times 100 = \frac{m_0}{m \times 10^4} \dots\dots\dots (7)$$

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℃。

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。

附录 A
甲醛溶液的配制及含量的测定
(补充件)

A1 用多聚甲醛解聚后配制

称取 280 g 多聚甲醛,加 800 mL 水及 35 mL 氨水(GB/T 631),加热溶解后趁热过滤或静置两天后取上层清液,按 A3 规定的试验方法测定其甲醛含量,再配制成 250 g/L 甲醛溶液。

A2 用工业甲醛溶液或试剂甲醛溶液蒸馏后配制

取工业甲醛溶液(GB/T 9009)或试剂甲醛溶液(GB/T 685)于蒸馏瓶中,缓慢加热至 96℃左右,蒸馏至甲醛溶液中甲醇含量约 10 g/L(蒸馏至原体积的二分之一),停止加热,按 A3 规定的试验方法测定母液中甲醛含量和甲醇含量。然后用水将母液稀释成甲醇小于 10 g/L 的 250 g/L 甲醛溶液。

A3 甲醛含量和甲醇含量的测定

A3.1 甲醛含量的测定

A3.1.1 试剂和溶液

- a. 无水亚硫酸钠(HG/T 3—1078)溶液,126 g/L;
- b. 硫酸(GB/T 625)标准滴定溶液, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$;
- c. 酚酞(GB/T 10729),10 g/L 乙醇溶液。

A3.1.2 分析步骤

取 50.0 mL 亚硫酸钠溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 3 滴酚酞指示剂,用硫酸标准滴定溶液中和至浅红色,用分度吸管加入 3.0 mL 甲醛溶液(A1)或(A2),再用硫酸标准滴定溶液滴定至浅红色,经 2 min 不消失为终点。

A3.1.3 分析结果的表述

甲醛(HCHO)含量,以(g/L)表示,按式(A1)计算:

$$\frac{cV \times 0.030\ 03}{3.0} \times 1\ 000 = 10.01 \times cV \quad \dots\dots\dots(\text{A1})$$

式中: c ——硫酸标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

V ——滴定用去硫酸标准滴定溶液的体积, mL;

0.030 03——与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的甲醛的质量。

A3.2 甲醇含量的测定

按 GB/T 611 的规定,测定 20℃ 时甲醛溶液的密度 $\rho_{20^\circ\text{C}}$

由测得的甲醛溶液在 20℃ 时的密度及按 A3.1 测得的甲醛溶液中甲醛的含量,查表 A1,即得甲醇含量 g/L。

A4 配制的 250 g/L 甲醛溶液,使用时应以酚酞为指示剂,用 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液中和至浅红色。

表 A1 密度-甲醛含量-甲醇含量关系表

F	M	ρ_{20}	1.075	1.076	1.077	1.078
246			2			
248			4			
250			7	3		
252			9	5	1	
254			12	8	3	
256			14	10	6	2
258					8	4
260					10	6
262						9
264						12

注： ρ_{20} ——20℃时甲醛溶液的密度，g/mL；

M ——甲醛溶液中甲醇含量，g/L；

F ——甲醛溶液中甲醛含量，g/L。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人钟凤园。

本标准优等品、一等品质量指标等效采用 ГОСТ 9097—82《硫酸铵》和 ГОСТ 10873—73《硫酸铵》。