

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0329—94

出口一水硫酸锌化学分析方法

Method of chemical analysis of
zinc sulphite monohydrate for export

1994-12-26 发布

1995-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口一水硫酸锌化学分析方法

SN/T 0329—94

Method of chemical analysis of
zinc sulphite monohydrate for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口一水硫酸锌的主含量及铁、锰、铅、镉、砷的测定方法。

本标准适用于出口一水硫酸锌的主含量及杂质元素铁、锰、铅、镉、砷的含量测定。同时也适用于出口七水硫酸锌的主含量及杂质元素铁、锰、铅、镉、砷的含量测定。测定范围：主含量 90% 以上；铁、锰、铅、镉 0.001%~0.02%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法
- GB 602 化学试剂 杂质标准溶液制备方法
- GB 603 化学试剂 制剂及制品制备方法
- GB 6042 化工产品用原子吸收光谱分析法标准编写格式
- GB 7686 化工产品中砷含量测定的通用方法

3 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

测定中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

3.1 硫酸锌含量的测定

3.1.1 原理

将样品用水溶解后，加入乙酰丙酮、抗坏血酸和碘化钾消除铝、铁、镉等杂质干扰，以乙酸-乙酸钠缓冲溶液控制溶液的 pH 值为 5~6，以二甲酚橙为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液进行滴定，终点颜色由紫红色变为亮黄色。

在测定条件中，被滴定溶液中钙、镁及 1 mg 的铝；4 mg 的镉；0.5 mg 的铁对测定无干扰。锰定量与 EDTA 络合，方法中采用扣除锰量的方法求得一水硫酸锌主含量。

3.1.2 试剂溶液

3.1.2.1 乙酸钠(无水)。

3.1.2.2 抗坏血酸。

3.1.2.3 碘化钾。

3.1.2.4 乙酸(98%)。

3.1.2.5 硫酸(1+4)。

3.1.2.6 乙酰丙酮(1+9)。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1994-12-26 批准

1995-05-01 实施

3.1.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.9): 120 g 乙酸钠(3.1.2.1)溶于水中,加入 9 mL 乙酸(3.1.2.4),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.1.2.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液($c=0.05 \text{ mol/L}$)

配制:称取 18.6 g 乙二胺四乙酸二钠,加热溶于 1 000 mL 水中,冷却,混匀。

标定:称取 1 g 于 800℃灼烧至恒重的基准氧化锌,称准至 0.000 2 g。用少量水湿润,加盐酸溶液(20%)至样品溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀后取 30.00~35.00 mL,加 70 mL 水,用氨水溶液(10%)中和至 pH6~7,加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.1.2.7)及 2 滴二甲酚橙指示剂(3.1.2.9),用配好的 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变成亮黄色。同时作空白试验。

计算公式:

$$c = \frac{m}{(V - V_0) \times 0.08138} \dots\dots\dots(1)$$

3.1.2.9 二甲酚橙指示剂(0.2%)。

3.1.3 分析步骤

称取 0.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 200 mL 三角瓶中,加 30 mL 水及 5 滴硫酸(3.1.2.5)和约 0.2 g 抗坏血酸(3.1.2.2)使试样溶解,加入 5 mL 乙酰丙酮(3.1.2.6)和 0.5 g 碘化钾(3.1.2.3),溶解后加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.1.2.7)10 mL,加入指示剂(3.1.2.9)2~3 滴,用 EDTA 标准滴定溶液(3.1.2.8)滴定至溶液由紫红色变成亮黄色为终点。

3.1.4 分析结果的表述

3.1.4.1 一水硫酸锌的百分含量(X)按式(2)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 0.1795}{m} \times 100 - 3.26 \times Y_{\text{Mn}} \dots\dots\dots(2)$$

3.1.4.2 七水硫酸锌的百分含量(X)按式(3)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 0.2875}{m} \times 100 - 5.23 \times Y_{\text{Mn}} \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液的摩尔浓度;

V ——滴定所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g;

0.287 5——每毫摩尔七水硫酸锌的克数;

0.179 5——每毫摩尔一水硫酸锌的克数;

Y_{Mn} ——试样中锰的百分含量。

3.1.5 精密度

表 1

水平范围	重现性 r	再现性 R
92.96%~98.62%	$r=1.4683-0.013815m$	$R=5.9396-0.057596m$

3.2 铁、锰、铅、镉的测定

3.2.1 原理