

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0329—94

上海市技术监督研究所
登记号 QT 966177

### 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 sulphate 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;

$Y_{\text{Mn}}$ ——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

试样用水溶解后,采用标准加入法,使用空气-乙炔火焰在原子吸收分光光度计上,按表 2 所列波长测量各元素的吸光度。

表 2

元 素	Fe	Mn	Pb	Cd
波长,nm	248.3	279.5	283.3	228.8

3.2.2 试剂和溶液

3.2.2.1 硝酸(1+4)。

3.2.2.2 Fe、Mn、Pb、Cd 标准溶液(0.1 mg/mL)

配制:

称取 0.864 g 硫酸铁铵[ $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ],溶于水,加 10 mL 硫酸溶液(25%),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

称取 0.308 g 硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

称取 0.203 g 氯化镉( $\text{CdCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

称取 0.160 g 硝酸铅,用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

3.2.2.3 混合标准溶液,取 Fe、Mn、Pb 标准溶液(3.2.2.2)各 20.00 mL 及 Cd 标准溶液(3.2.2.2) 10.00 mL,置于 200 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含有 10  $\mu\text{g}$  Fe、Mn、Pb 及 5  $\mu\text{g}$  Cd。

3.2.3 仪器

a. 原子吸收分光光度计,附铁、锰、铅、镉空心阴极灯。

b. 灵敏度,在测定条件下铁、锰、铅、镉的特征浓度应分别不大于 0.1、0.1、0.2 和 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。特征浓度的计算见附录 A(补充件)。

仪器参考工作条件:见附录 B(参考件)。

3.2.4 分析步骤

称取试样 5 g,精确到 0.01 g,加 50 mL 水、1 mL 硝酸(3.2.2.1),溶解后置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。分别移取 20.00 mL 上述试液于一组 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL 混合标准溶液(3.2.2.3)后用水稀释至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰在原子吸收分光光度计上按表 2 所列波长,分别测定吸光度,然后作浓度对吸光度的曲线,将曲线反向延长与横轴相交,即得被测元素的浓度。

3.2.5 分析结果的表述

铁、锰、铅、镉的百分含量(X)分别由式(4)给出:

$$X(\%) = \frac{5 \times c \times 100}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: c——在曲线上查得的被测元素浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;  
m——试样质量, g。

3.2.6 精密度



表 3

被 测 元 素	水平范围, %	重 现 性 $r$	再 现 性 $R$
Fe	0.002 8~0.007 9	$r=0.000\ 742-0.042\ 8\ m$	$R=0.001\ 78-0.178\ m$
Cd	0.003 1~0.014 0	$\log r=\log 0.003\ 75+0.341\ \log m$	$R=-2.61\times 10^{-5}+0.257\ m$
Mn	0.003 9~0.020	$r=-0.000\ 173+0.138\ m$	$R=9.81\times 10^{-5}+0.142\ m$
Pb	0.000 33~0.001 13	$r=2.21\times 10^{-4}-0.137\ m$	$R=9.64\times 10^{-4}-0.076\ 0\ m$

## 3.3 砷含量的测量

按 GB 7686 之规定执行。

**附 录 A**  
**特征浓度的计算**  
(补充件)

对应于 1% 净吸收的待测元素浓度; 或对应于 0.004 4 吸光度的待测元素的浓度为特征浓度。  
计算公式:

$$C = \frac{0.004\ 4\Delta C}{\Delta X} \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $C$ ——特征浓度;  
 $\Delta C$ ——试液浓度;  
 $\Delta X$ ——吸光度。

**附 录 B**  
**仪器工作条件**  
(参考件)

使用 PE3300 型原子吸收分光光度计测定的参考工作条件如下:

表 B1

被 测 元 素	Fe	Mn	Pb	Cd
波 长, nm	248.3	279.5	283.3	228.8
空气流量, L/min	10.0	10.0	6.0	8.0
乙炔流量, L/min	2.0	2.0	1.2	1.2
灯 电 流, mA	8	10	5	3
狭 缝, $\mu\text{m}$	0.2	0.2	0.7	0.7

**附加说明:**

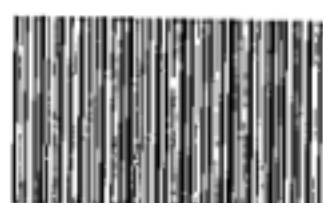
本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由湖南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人胡平。

(京)新登字 023 号

SN/T 0329—94



SN/T0329-1994

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1995 年 6 月第一版 1995 年 6 月第一次印刷 书号:155066 · 2-9934