



中华人民共和国国家标准

GB/T 23839—2009

工业硫酸亚锡

Stannous sulfate for industrial use

2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 硫 酸 亚 锡
GB/T 23839—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38030 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准修改采用法国标准 NF T23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》(法文版)。

本标准根据法国标准 NF T23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》重新起草。

在采用 NF T23. 301-1982 时,本标准做了一些修改,有关技术性差异及结构性差异已编入正文中,并在它们涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。附录 A 和附录 B 中给出了这些技术性差异及结构性差异及原因的一览表以供参考。

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:云南锡业集团有限责任公司、精细化学品集团有限公司、柳州华锡集团有限责任公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:白健、曹靖、金洪海、兰庆珊、刘幽若、叶有明、郭凤鑫。

本标准为首次发布。

工业硫酸亚锡

1 范围

本标准规定了工业硫酸亚锡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业硫酸亚锡。该产品主要用作水泥添加剂、电镀添加剂、铝合金表面氧化着色剂、印染工业的媒染剂,其他工业还原剂等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法(ISO 6227:1982,NEQ)

GB/T 6678 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(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 23834.1—2009 硫酸亚锡化学分析方法 第1部分:硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法

GB/T 23834.2—2009 硫酸亚锡分析方法 第2部分:盐酸不溶物的测定 重量法

GB/T 23834.3—2009 硫酸亚锡分析方法 第3部分:碱金属和碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法

GB/T 23834.4—2009 硫酸亚锡化学分析方法 第4部分:铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 23834.5—2009 硫酸亚锡化学分析方法 第5部分:砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

GB/T 23834.6—2009 硫酸亚锡化学分析方法 第6部分:铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: SnSO_4

相对分子质量:214.75(按2007年国际相对原子质量)

4 分类

工业硫酸亚锡分为两个类别:Ⅰ类为特殊工业用;Ⅱ类为一般工业用。

5 要求

5.1 外观：工业硫酸亚锡为白色结晶或粉末。

5.2 工业硫酸亚锡应符合表 1 要求：

表 1 要求

项 目			质量分数 $w/\%$	
			I 类	II 类
锡	以锡(Sn)计	$\geq$	54.7	—
	以硫酸亚锡(SnSO_4)计	$\geq$	99.0	99.0
氯化物(以 Cl 计)		$\leq$	0.005	—
酸不溶物		$\leq$	0.005	—
碱金属和碱土金属硫酸盐		$\leq$	0.1	—
铅(Pb)		$\leq$	0.02	0.02
锑(Sb)		$\leq$	0.01	0.05
砷(As)		$\leq$	0.001	0.001
铁(Fe)		$\leq$	0.005	0.005

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

6.2 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。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 或 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下，以目视法测定工业硫酸亚锡的外观。

6.4 工业硫酸亚锡含量的测定

按 GB/T 23834.1—2009 进行。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 电位滴定法(仲裁法)

6.5.1.1 方法提要

同 GB/T 3050—2000 第 3 章。

6.5.1.2 试剂

6.5.1.2.1 氯化钠标准溶液： $c(\text{NaCl}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ ；

称取 1.169 g 预先在 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的基准氯化钠，精确至 0.000 2 g，置于烧杯中，加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

6.5.1.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ ；

- a) 配制：称取约 1.75 g 硝酸银，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。溶液贮存于棕色瓶中。
- b) 标定：用移液管移取 2 mL 氯化钠标准溶液，置于 100 mL 烧杯中，放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，加 2 滴溴酚蓝指示液(1 g/L)，滴加硝酸溶液(1+1)至试验溶液

呈黄色。把测量电极和参比电极插入溶液中,将电极与电位计连接,调整电位计零点,记录起始电位值。用硝酸银标准滴定溶液滴定,先加入 3.00 mL,再逐次加入 0.10 mL,记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积和对应的电位值 E ,计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定的终点。终点后再记录一个电位值 E 。记录格式见 GB/T 3050—2000 附录 C。

- c) 计算:终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值 V ,单位为毫升(mL),按式(1)计算:

$$V = V_0 + \frac{b}{B} \times V_1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前所加入硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前最后一次加入硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

b —— ΔE_2 最后一次正值;

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和(详见 GB/T 3050—2000 附录 C 举例)。

硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值 c ,单位为摩尔每升(mol/L),按式(2)计算:

$$c = \frac{c_2 V_2}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_2 ——移取的氯化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——氯化钠标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

6.5.1.2.3 其他试剂同 GB/T 3050—2000 第 4 章。

6.5.1.3 仪器、设备

同 GB/T 3050—2000 第 5 章。

6.5.1.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,加 5 mL 硝酸溶液,以下操作按 6.5.1.2.2b)规定进行,自“放入电磁搅拌子”开始,到“终点后再继续记录一个电位值 E ”止,但不再一次先加入 3.00 mL 硝酸银标准滴定溶液。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

6.5.1.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V ——滴定中所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

6.5.2 目视比浊法

6.5.2.1 方法提要

在酸性介质中加入硝酸银溶液,银离子与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,与同时同样处理的标准

比浊溶液进行对比。

6.5.2.2 试剂

6.5.2.2.1 95%乙醇;

6.5.2.2.2 硝酸溶液:1+4;

6.5.2.2.3 硝酸溶液:1+30;

6.5.2.2.4 硝酸银溶液:17 g/L;

6.5.2.2.5 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2(或移取 10.00 mL 按 GB/T 602)要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.5.2.3 分析步骤

称取 1.00 ± 0.01 g 试样,置于 100 mL 干燥的烧杯中,加入 5 mL 硝酸溶液(6.5.2.2.2)和 5 mL 水,轻轻摇动使之溶解,全部转移至 50 mL 比色管中,每次用 4 mL 硝酸(6.5.2.2.3)洗涤烧杯三次,洗涤液全部置于比色管,然后边摇动边滴加 1 mL 95%乙醇和 1 mL 硝酸银溶液,用硝酸(6.5.2.2.3)稀释至刻度,轻轻摇匀。静置 10 min 后,于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 5.00 mL 氯化物标准溶液,与试料同时同样处理。

6.6 盐酸不溶物含量的测定

按 GB/T 23834.2—2009 进行测定。

6.7 碱金属和碱土金属硫酸盐含量的测定

6.7.1 重量法(仲裁法)

按 GB/T 23834.3—2009 进行测定。

6.7.2 原子吸收分光光度法

6.7.2.1 方法提要

将样品溶解并酸化,采用标准加入法在原子吸收分光光度计相应的波长下测定钾、钠、钙、镁含量。

6.7.2.2 试剂

6.7.2.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.7.2.2.2 硝酸溶液:1+1;

6.7.2.2.3 钾标准溶液:1 mL 溶液含钾(K)0.010 mg;

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的或 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钾标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7.2.2.4 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.010 mg;

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的或 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7.2.2.5 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.100 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。或直接使用 GB/T 602 的标准储备溶液。

6.7.2.2.6 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.010 mg;

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的或 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7.2.2.7 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.7.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钾、钠、钙、镁空心阴极灯。

6.7.2.4 操作步骤

称取约 4.0 g 试样,精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中,加入 35 mL 盐酸溶液溶解,溶解后全部移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25.0 mL 上述试验溶液,分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中,分别依次移入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 钙标准溶液,0.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 钾标准溶液,0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 镁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计上,使用乙炔-空气火焰,分别按波长 422.7 nm(钙),766.5 nm(钾),285.2 nm(镁)测定的钙、钾、镁原子蒸气的吸光度。以吸光度为纵坐标,分别以标准溶液中钙、钾、镁的质量为横坐标绘制曲线,以曲线的反向延长线与横坐标的交点为试验溶液中钙、钾、镁的含量。

用移液管移取 10.00 mL 上述试验溶液,分别置于 4 个 50 mL 容量瓶中,分别依次移入 0.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计上,使用乙炔-空气火焰,于波长 589.0 nm 处测定钠原子蒸气的吸光度。以吸光度为纵坐标,分别以标准溶液中钠的质量为横坐标绘制曲线,以曲线的反向延长线与横坐标的交点为试验溶液中钠的质量。

6.7.2.5 结果的计算

碱金属和碱土金属硫酸盐含量以碱金属和碱土金属硫酸盐的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_2 = 2.2w(K) + 3.1w(Na) + 3.4w(Ca) + 5.0w(Mg) \dots\dots\dots(4)$$

式中:

2.2——钾换算为硫酸钾的系数;

3.1——钠换算为硫酸钠的系数;

3.4——钙换算为硫酸钙的系数;

5.0——镁换算为硫酸镁的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

6.8 铅(Pb)含量的测定

按 GB/T 23834.4—2009 第 6 章进行测定。

6.9 锑(Sb)含量的测定

6.9.1 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢分解,在盐酸介质中,锑离子与孔雀绿作用,所生成的绿色络合物被苯萃取,于分光光度计波长 635 nm 处测量其吸光度。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 无水硫酸钠;

6.9.2.2 盐酸;

6.9.2.3 过氧化氢(30%);

6.9.2.4 苯;

6.9.2.5 盐酸:1+1;

6.9.2.6 磷酸:1+9;

6.9.2.7 亚硝酸钠溶液:140 g/L;

6.9.2.8 尿素溶液:400 g/L;

6.9.2.9 孔雀石绿溶液:2 g/L;

6.9.2.10 氯化亚锡溶液:100 g/L;

称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 20 mL 盐酸(6.9.2.2),温热溶解,稍冷,用水稀释至 100 mL。

6.9.2.11 锑标准贮存溶液:1 mL 溶液含锑(Sb)0.10 mg;

称取 0.274 2 g 酒石酸锑钾 ($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) 置于 250 mL 烧杯中, 加入 100 mL 盐酸 (6.9.2.5), 搅拌溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用盐酸 (6.9.2.5) 洗净烧杯并稀释至刻度, 混匀。

6.9.2.12 锑标准溶液: 1 mL 溶液含锑 (Sb) 0.002 mg;

用移液管移取 2.00 mL (6.9.2.11) 锑标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中, 用盐酸稀释至刻度, 混匀。该溶液现用现配。

6.9.3 仪器、设备

分光光度计: 带有 1 cm 或 2 cm 比色皿。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 工作曲线的绘制

按表 2 选定工作曲线移取锑标准溶液 (6.9.2.12), 分别置于 100 mL 烧杯中, 用盐酸溶液 (6.9.2.5) 补至 10 mL, 以下按 6.9.4.2.2 “加热至 50 °C ~ 60 °C ……” 开始至 6.9.4.2.5 进行操作, 将部分有机相移入 1 cm 吸收皿中, 以试剂空白为参比, 测量标准溶液吸光度。以标准溶液中锑的质量为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

表 2 工作曲线表

序 号	标准溶液体积/mL				
	1	2	3	4	5
2 cm 比色皿	0	1.00	2.00	3.00	4.00
1 cm 比色皿	0	5.00	10.0	15.0	20.0

6.9.4.2 测定

6.9.4.2.1 称取 1 g 试样, 精确至 0.01 g。置于 150 mL 烧杯中, 加 50 mL 盐酸 (6.9.2.2), 盖上表面皿, 逐滴加入 2 mL 过氧化氢, 加热使之完全溶解并煮沸至无小气泡, 冷却, 用盐酸 (6.9.2.5) 移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 混匀。

同时做空白试验, 除不加试样外, 其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

6.9.4.2.2 分别移取 5.00 mL 试验溶液和 5.00 mL 空白试验溶液, 置于 100 mL 烧杯中。加 5 mL 盐酸 (6.9.2.2), 加热至 50 °C ~ 60 °C, 滴入 2 滴 ~ 4 滴氯化亚锡溶液, 混匀, 冷却。

6.9.4.2.3 加入 1 mL 亚硝酸钠溶液, 混匀, 放置 2 min, 加 1.5 mL 尿素溶液, 边加边摇动 0.5 min ~ 1 min, 使气泡散尽。

6.9.4.2.4 移入预先盛有 20.00 mL 苯的 125 mL 分液漏斗中, 用 20 mL 磷酸分数次洗涤烧杯, 洗涤液并入分液漏斗中, 混匀。加 0.5 mL 孔雀石绿溶液, 振摇 1 min, 静置分层后, 弃去水相。往有机相中加 0.5 g 无水硫酸钠, 摇动片刻。

6.9.4.2.5 将部分有机相移入 1 cm 吸收皿中, 以苯萃取剂为参比, 于分光光度计波长 635 nm 处测量试验溶液萃取液和空白试验萃取液的吸光度, 从工作曲线上查出锑的质量。

6.9.5 结果计算

锑含量以锑 (Sb) 的质量分数 w_3 计, 数值以 % 表示, 按式 (5) 计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times V/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中锑的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验中锑的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

V ——分取的试验溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

6.10 砷(As)含量的测定

6.10.1 砷钼杂多酸-孔雀绿法(仲裁法)

6.10.1.1 方法提要

在酸性溶液中,用氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)反应生成砷化氢气体,逸出的砷化氢气体在用碘液吸收。在稀硫酸溶液中,以聚乙烯醇做稳定剂,砷与钼酸铵-硫酸混合液反应生成砷钼杂多酸,再与孔雀石绿形成绿色络合物,用分光光度计于 635 nm 处测定其吸光度。

6.10.1.2 试剂

6.10.1.2.1 无砷锌粒;

6.10.1.2.2 硫酸溶液:1+1;

6.10.1.2.3 盐酸溶液:1+1;

6.10.1.2.4 酒石酸溶液:200 g/L;

6.10.1.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L;

6.10.1.2.6 亚硫酸钠溶液:100 g/L;

6.10.1.2.7 碘吸收溶液;

称取 2 g 碘及 4 g 碘化钾于量杯中,加少许水溶解,再用水稀释至 1 L,混匀。

6.10.1.2.8 钼酸铵-硫酸混合液(即用即配):

称取 7.50 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 于 1 000 mL 烧杯中加水微热溶解,冷却后以水稀释至 500 mL;准确加入等体积的硫酸溶液(3+20),混匀,转移到塑料瓶中。

6.10.1.2.9 聚乙烯醇(PVA-124,聚合度 2 400~2 500)溶液:10 g/L;

称取 1 g 聚乙烯醇于烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解,冷却后用水稀释至 100 mL,混匀。用漏斗加棉花干过滤后使用。

6.10.1.2.10 孔雀石绿溶液:1.5 g/L(用相对分子质量为 364.9 的孔雀石绿配制);

6.10.1.2.11 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg;

用移液管移取 10.0 mL 按 GB/T 602 规定配制的砷标准溶液或 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

用移液管移取 10 mL 上述砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.10.1.2.12 乙酸铅棉花。

6.10.1.3 仪器、设备

6.10.1.3.1 测砷装置(见图 1)

6.10.1.3.2 分光光度计:带有 1 cm 比色皿。

6.10.1.4 分析步骤

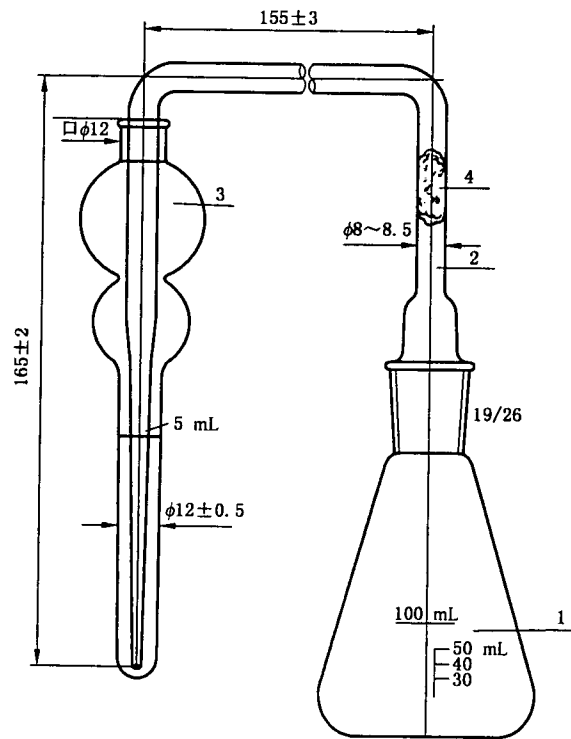
6.10.1.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液,分别置于 6 个砷发生瓶中,加 10 mL 硫酸溶液(6.10.1.2.2),加水稀释至约 30 mL,混匀。加入 2 mL 氯化亚锡溶液、5 mL 酒石酸溶液,摇匀。在通气管中装好乙酸铅棉花,吸收管中加入 10.0 mL 碘吸收溶液。在砷化氢发生瓶中加入 7 g 无砷金属锌粒,立即将吸收管与砷发生瓶联接。待反应完全后(常温下约 25 min),取下吸收管,用少量水冲洗管壁。在吸收液中加入 4 滴亚硫酸钠溶液,摇动使碘变为无色。加 8.0 mL 钼酸铵-硫酸混合液,1 mL 聚乙烯醇溶液混匀,加 2.0 mL 孔雀石绿溶液,加水稀释至刻度,混匀。立即在 60 °C ± 10 °C 的水浴中加热 8 min,取出用水冷却至室温。

显色溶液在 635 nm 处,用 1 cm 比色皿测定吸光度。以水作参比,由每个砷标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以标准溶液中所含的砷(As)的毫克数为横坐标,以对应的吸光度为纵坐标,绘制

工作曲线。

单位为毫米



- 1——砷化氢发生器；
- 2——导气管；
- 3——吸收瓶；
- 4——乙酸铅棉花。

图 1 砷化氢发生及吸收装置

6. 10. 1. 4. 2 测定

称取 0.5 g 试样，精确至 0.001 g。置于 150 mL 锥形瓶中，加 50 mL 盐酸溶液，盖上表面皿，逐滴加入 2 mL 过氧化氢，加热使之完全溶解，并煮沸蒸发至约 25 mL，冷却。以下按 6. 10. 1. 4. 1 中从“加 10 mL 硫酸溶液，……”进行操作。同时进行空白试验。

空白试验是在制备试验溶液的同时，除不加试样外，其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

6. 10. 1. 5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_i 计，数值以 % 表示，按式(6)计算：

$$w_i = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- m_1 ——由工作曲线上查出的砷的质量的数值，单位为毫克(mg)；
- m ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

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 3 %。

6. 10. 2 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

按 GB/T 23834. 5—2009 进行测定。

6. 11 铁量的测定

6. 11. 1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

按 GB/T 23834. 6—2009 进行测定。

6.11.2 原子吸收分光光度法

6.11.2.1 方法提要

将样品溶解并酸化,采用原子吸收分光光度法在 248.3 nm 波长下测定铁含量。

6.11.2.2 试剂

6.11.2.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.11.2.2.2 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.010 mg;

用移液管移取 10.0 mL 按 GB/T 602 规定配制的铁标准溶液或 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.11.2.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.11.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铁空心阴极灯。

6.11.2.4 分析步骤

6.11.2.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 的容量瓶,用移液管分别移入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铁标准溶液。加 4 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。使用乙炔-空气火焰,在波长 248.3 nm 处将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态,以水为参比,测量吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白试验的吸光度,以铁的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.11.2.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,在电炉上温热溶解完全。取下稍冷,用水冲洗表面皿及杯壁,冷至室温。全部移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.11.2.4.3 空白试验溶液的配制

在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

6.11.2.4.4 测定

在绘制工作曲线的同时测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出铁的质量。

6.11.2.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。

7 检验规则

7.1 本标准要求中所列项目均为出厂检验项目,必须逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一型号的产品为一批,每批产品不超过 60 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装容器的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法或用分样器缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或塑料袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

- 7.4 生产厂应保证所有出厂的硫酸亚锡产品都符合本标准的要求。
- 7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。
- 7.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

- 8.1 工业硫酸亚锡包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”和“怕晒”标志。
- 8.2 每批出厂的工业硫酸亚锡都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输和贮存

- 9.1 工业硫酸亚锡内包装采用聚乙烯薄膜袋,外包装袋采用塑料编织袋、铁桶或塑料桶等,其性能和检验方法应符合相应标准。每个容器净含量为 5 kg、25 kg、30 kg、1 000 kg 或按用户要求进行包装。内袋扎口或用相应的方式封口;外包装根据不同的包装形式采用相应的封口方式,要求封口牢固,不应有开口、受潮和泄漏现象。
- 9.2 工业硫酸亚锡在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。防止曝晒、受热。不得与氧化剂和食品添加剂混运。
- 9.3 工业硫酸亚锡应贮存于干燥通风的库房内,并需离地离墙码放,防止受潮污染,不得与氧化剂和食品添加剂混储。
- 9.4 工业硫酸亚锡产品在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期为两年。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与法国标准 NF T 23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》
(法文版)的技术性差异及其原因一览表

表 A. 1 给出了本标准与法国标准 NF T 23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》技术性差异及其原因。

表 A. 1 本标准 I 型产品与法国标准 NF T 23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》
技术性差异及其原因一览表

本标准的 章条编号	技术性差异	原 因
4	本标准设置了两个类别,法国标准一类	扩大产品的类型,使标准的适用于国内外不同的使用要求
5	删去了游离酸指标,还增加了碱金属和碱土金属硫酸盐、铅、铁指标	根据目前用户的需求设置
6	本标准增加了碱金属和碱土金属硫酸盐、铅、铁的检测方法 氟化物测定在电位滴定法为仲裁法的基础上增加了目视比浊法	随着检测技术的进步和发展以及产品质量的提高,痕量杂质只能用仪器法,以提高分析方法的准确性。增加了简便快速的方法

附 录 B

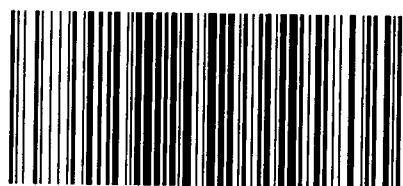
(资料性附录)

本标准与法国标准 NF T 23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》(法文版)的结构性差异

表 B. 1 给出了本标准与法国标准 NF T 23. 301-1982《化学产品 硫酸亚锡》(法文版)结构性差异。

表 B. 1 本标准与法国标准 NF T 23. 301-1982 结构性差异一览表

本标准		NF T 23. 301-1982	
章条编号	内 容	章条编号	内 容
前言	前言	前言	前言
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用文件	2	参考文献
3	分子式和相对分子质量	3	产品定义
4	分类	—	—
—	—	4	规格
5	要求	—	—
—	—	5	取样方法
6	试验方法	6	试验方法
7	检验规则(包括取样方法)	—	—
8	标志、标签	—	—
—	—	7	试验报告
9	包装、运输和贮存	—	包装



GB/T 23839-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-38030

定价: 18.00 元