

中华人民共和国国家标准

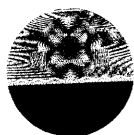
GB/T 6276.3—2010
代替 GB/T 6276.3—1986

工业用碳酸氢铵的测定方法 第 3 部分:硫化物含量 目视比浊法

Determination of ammonium hydrogen carbonate for industrial use—
Part 3: Sulphide content—Visible turbidimetric method

2010-06-30 发布

2011-01-01 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

前 言

GB/T 6276《工业用碳酸氢铵的测定方法》分为九个部分：

- 第1部分：碳酸氢铵含量 酸碱滴定法；
- 第2部分：氯化物含量 电位滴定法；
- 第3部分：硫化物含量 目视比浊法；
- 第4部分：硫酸盐含量 目视比浊法；
- 第5部分：灰分含量 重量法；
- 第6部分：铁含量 邻菲罗啉分光光度法；
- 第7部分：砷含量 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法；
- 第8部分：砷含量 砷斑法；
- 第9部分：重金属含量 目视比浊法。

本部分是 GB/T 6276 的第3部分。

本部分代替 GB/T 6276.3—1986《工业用碳酸氢铵 硫化物含量的测定 目视比浊法》。

本部分与 GB/T 6276.3—1986 的主要差异是：

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法执行 HG/T 2843 标准。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人：屈昕、仲文轶。

本部分于1986年首次发布。

工业用碳酸氢铵的测定方法

第3部分:硫化物含量 目视比浊法

1 范围

GB/T 6276 的本部分规定了采用目视比浊法测定工业用碳酸氢铵的硫化物的含量。
本部分适用于工业用碳酸氢铵中硫化物含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6276 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 原理

向试液中加入碱性铅酸盐溶液,与硫离子生成黄褐色硫化物悬浮微粒,与标准浊度进行比较,确定硫化物含量。

4 试剂和材料

下列的部分试剂具有腐蚀性和毒性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,如有不适应立即治疗。

本部分所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

- 4.1 硫化钠;
- 4.2 氢氧化钾;
- 4.3 乙酸铅;
- 4.4 柠檬酸钾;
- 4.5 三氯甲烷;
- 4.6 碱性铅酸钾溶液:称取 1 g 乙酸铅、3.4 g 柠檬酸钾、70 g 氢氧化钾,溶解于水并稀释至 100 mL;
- 4.7 硫化物标准溶液,以 S 计,0.1 mg/mL:称取 0.749 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),溶解于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,使用前制备;
- 4.8 硫化物标准溶液,以 S 计,0.01 mg/mL:用硫化物标准溶液(4.7)准确稀释 10 倍制得。

5 仪器

通常实验室用仪器。

6 分析步骤

6.1 标准浊度的配制

于数支 50 mL 比色管中,分别加入 0 mL、0.1 mL、0.3 mL…1.0 mL 硫化物标准溶液(4.8),加水至近 48 mL,摇匀。

6.2 测定

称取约 5 g 试样(精确到 0.1 g),置于烧杯中加水溶解后移入 50 mL 比色管中,使总体积接近 48 mL,摇匀后,与标准管同时加入 2 mL 碱性铅酸钾溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀后在 5 min 内与标准浊度进行比较。

若试样中含有植物油脂肪酸防结块剂,称取约 5 g 试样(精确到 0.1 g),置于烧杯中,用 30 mL 水溶解后移入 150 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 三氯甲烷,剧烈振荡 5 min~10 min,静置,待其分层后,放出下层三氯甲烷相,将上层水相定量移入 50 mL 比色管中,加水至近 48 mL,摇匀,与标准管同时加入 2 mL 碱性铅酸钾溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀后在 5 min 内与标准浊度进行比较。

7 分析结果的表述

硫化物的含量 w_1 ,以硫(S)质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{V \times 0.000\ 01}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V ——与试液管浊度相当的标准管中加入的硫化物标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 0.000 01——1 mL 硫化物标准溶液中硫(S)的质量的数值,单位为克每毫升(g/mL);
 m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后五位。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用碳酸氢铵的测定方法
第3部分:硫化物含量 目视比浊法
GB/T 6276.3—2010

*

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

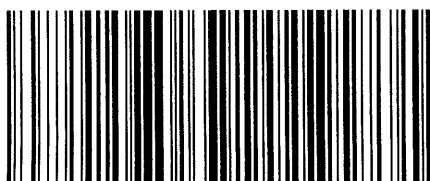
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-40239 定价 14.00 元



GB/T 6276.3—2010

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