

中华人民共和国国家标准

化 学 试 剂 硫 酸 铵

GB 1396—93

代替 GB 1396—78

Chemical reagent
—Ammonium sulfate

本标准参照采用国际标准 ISO 6353-3—1987《化学分析试剂——第3部分：规格——第二批》中 R45“硫酸铵”。

本试剂为无色结晶或半透明粉末，溶于水。

分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

相对分子质量：132.14（按 1989 年国际相对原子质量）

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂硫酸铵的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂硫酸铵的检验。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 610.2 化学试剂 砷测定通用方法（二乙基二硫代氨基甲酸银法）
- GB 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法
- GB 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB 9739 化学试剂 铁测定通用方法
- GB 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
- HG 3-119 化学试剂 包装及标志
- HG 3-1168 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 技术要求

3.1 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 含量不少于 99.0%。

3.2 pH(50 g/L, 25℃): 4.8~6.0。

国家技术监督局 1993-03-01 批准

1993-12-01 实施

3.3 杂质最高含量:

名 称	%	
	分析纯	化学纯
澄清度试验	合格	合格
水不溶物	0.002	0.01
灼烧残渣(以硫酸盐计)	0.01	0.05
氯化物(Cl)	0.000 5	0.001
硝酸盐(NO ₃)	0.001	0.005
磷酸盐(PO ₄)	0.000 5	0.002
砷(As)	0.000 02	0.000 2
钙(Ca)	0.005	—
铁(Fe)	0.000 2	0.000 5
重金属(以 Pb 计)	0.000 5	0.002

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603之规定制备;实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

4.1 硫酸铵[(NH₄)₂SO₄]含量测定

4.1.1 中性甲醛溶液的制备

量取 20 mL 甲醛溶液,加 20 mL 水,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1 mol/L]滴定至溶液呈粉红色。使用前制备。

4.1.2 测定方法

称取 2 g 试样,精确至 0.000 1 g,溶于 40 mL 水中,加 40 mL 中性甲醛溶液,摇匀,放置 30 min,用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1 mol/L]滴定至溶液呈粉红色,微微加热至 50℃,继续滴定至溶液呈粉红色,保持 5 min。

硫酸铵含量按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.066\ 07}{m} \times 100$$

式中: X——硫酸铵的百分含量, %;

V——试样消耗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的浓度, mol/L;

0.066 07——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1.000 mol/L]相当的,以克表示的硫酸铵的质量;

m——试样的质量, g。

4.2 pH 值测定

称取 5 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中后,按 GB 9724 之规定测定。

4.3 杂质测定

试样称量须精确至 0.01 g。

4.3.1 澄清度试验

称取 25 g 试样,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG 3-1168 中规定的澄清度标准。

分析纯.....3号;

化学纯.....5号。

4.3.2 水不溶物

称取 50 g 试样,溶于 100 mL 沸水中,冷却至室温,用已在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒重的 4 号玻璃滤坩过滤,用热水洗涤滤渣至洗液无硫酸盐反应,于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒重。结果按 GB 9738 中第 7 章之规定计算。

4.3.3 灼烧残渣

称取 10 g 试样,按 GB 9741 中 4.1 条之规定测定。结果按 GB 9741 中第 5 章之规定计算。保留残渣用于钙的测定。

4.3.4 氯化物

称取 1 g 试样,溶于 20 mL 水中后,按 GB 9729 之规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯化物的杂质标准溶液:

分析纯.....0.005 mg Cl;

化学纯.....0.010 mg Cl。

与试样同时同样处理。

4.3.5 硝酸盐

称取 1 g 试样,溶于 15 mL 水中,加 1 mL 氯化钠溶液(100 g/L)、1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2) = 0.001 \text{ mol/L}$],在摇动下于 10~15s 内加入 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准。

标准是取含下列数量硝酸盐的杂质标准溶液:

分析纯.....0.01 mg NO_3 ;

化学纯.....0.05 mg NO_3 。

与试样同时同样处理。

4.3.6 磷酸盐

称取 1 g 试样,溶于 5 mL 水中,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硝酸溶液(13%)至黄色刚刚消失,稀释至 10 mL 后,按 GB 9727 之规定测定。有机层所呈蓝色不得深于标准。

标准是取含下列数量磷酸盐的杂质标准溶液:

分析纯.....0.005 mg PO_4 ;

化学纯.....0.020 mg PO_4 。

与试样同时同样处理。

4.3.7 砷

称取 5 g 试样,溶于 30 mL 水中后,按 GB 610.2 之规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准。

标准是取含下列数量砷的杂质标准溶液:

分析纯.....0.001 mg As;

化学纯.....0.010 mg As。

与试样同时同样处理。

4.3.8 钙

按 GB 9723 之规定测定,其中:

4.3.8.1 仪器条件

光源:钙空心阴极灯;

波长:422.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

4.3.8.2 测定方法

于测定灼烧残渣后的残渣中,加 2 mL 盐酸溶液(10%)溶解,稀释至 100 mL,取 20 mL,稀释至 100 mL 后,按 GB 9723 中 6.2.1 条之规定测定。

4.3.9 铁

称取 1 g 试样,溶于 15 mL 水中,用盐酸溶液(15%)将溶液 pH 值调至 2 后,按 GB 9739 之规定测定。溶液所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液:

分析纯.....0.002 mg Fe;

化学纯.....0.005 mg Fe。

与试样同时同样处理。

4.3.10 重金属

称取 4 g 试样,溶于水,稀释至 20 mL,取 15 mL 后,按 GB 9735 之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的 5 mL 试样溶液及含下列数量的铅杂质标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Pb;

化学纯.....0.04 mg Pb。

稀释至 15 mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

5 检验规则

按 GB 619 之规定进行采样及验收。

6 包装及标志

按 HG 3-119 之规定,其中:

内包装形式:G-3、Gz-3;

外包装形式:W-1;

包装单位:第 4 类。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由南京化学试剂厂负责起草。

本标准主要起草人史建祥。