

ICS 65.080
G 21
备案号: 7243—2000

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3277—2000

农业用硫酸锌

Zinc sulfate for agricultural use

2000-05-23 发布

2000-12-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

前 言

本标准是由化工行业标准 HG 3277—1986《农业用硫酸锌》修订而成。

本标准与 HG 3277—1986 的主要差异是：

结合我国农业用硫酸锌生产厂家的生产条件和能力，根据生产厂家、有关质量监督检验部门及用户的反映，参考国内外的标准，以及 GB/T 12707—1991《工业产品质量分级导则》。

——将农业用硫酸锌分为合格品、一等品和优等品三个等级，技术指标也作了相应的规定。

——解决了测定锌含量时原方法无法去除的 Fe^{2+} 干扰问题。

——增加了原子吸收分光光度法为铅、镉的测定的仲裁法。

——包装袋的标识及取样方法等也进行了调整。

本标准自实施之日起，同时代替 HG 3277—1986。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：上海化工研究院、四川省技术监督局化肥质检一站。

本标准主要起草人：商照聪、姬洪涛、纪胜、章明洪、李肖锋。

本标准于 1986 年首次发布。

中华人民共和国化工行业标准

HG 3277—2000

农业用硫酸锌

代替 HG 3277—1986

Zinc sulfate for agricultural use

1 范围

本标准规定了农业用硫酸锌的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以含锌物料与工业硫酸反应制得的一水硫酸锌和七水硫酸锌,用作微量元素锌肥。

分子式:一水硫酸锌 $ZnSO_4 \cdot H_2O$

七水硫酸锌 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

相对分子质量:一水硫酸锌 179.47(按 1995 年国际相对原子质量)

七水硫酸锌 287.56(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB 6678—1986 化工产品采样总则

GB 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3096:1987)

GB 8569—1997 固体化学肥料包装

GB/T 17420—1998 微量元素叶面肥料

HG/T 2843—1997 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 产品品种

农业用硫酸锌按其所含结晶水分子数分为:

3.1 I 种为含一分子结晶水硫酸锌,简称一水硫酸锌;

3.2 II 种为含七分子结晶水硫酸锌,简称七水硫酸锌。

4 要求

4.1 外观:为白色或微带黄色的粉末或结晶。

4.2 农业用硫酸锌应符合表 1 要求。

表 1 要求

指标名称	指 标						%
	ZnSO ₄ ·H ₂ O			ZnSO ₄ ·7H ₂ O			
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	
锌(Zn)含量	≥	35.3	33.8	32.3	22.0	21.0	20.0
游离酸(以 H ₂ SO ₄ 计)含量	≤	0.1	0.2	0.3	0.1	0.2	0.3
铅(Pb)含量	≤	0.002	0.010	0.015	0.002	0.005	0.010
镉(Cd)含量	≤	0.002	0.003	0.005	0.002	0.002	0.003
砷(As)含量	≤	0.002	0.005	0.010	0.002	0.005	0.007

5 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 GB/T 6682 中规定的三级水。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 制备,其他溶液未指明制备方法时均按 HG/T 2843 制备。

5.1 锌含量的测定 EDTA 配位滴定法

5.1.1 方法提要

在硫酸锌溶液中加入氟化铵(氟化钠)和碘化钾(如有 Fe²⁺ 存在,加入过氧化氢氧化为 Fe³⁺)以消除铁等杂质的干扰,在 pH5~6 的条件下,以二甲酚橙为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,终点颜色由洋红变为柠檬黄。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 氟化铵。

5.1.2.2 碘化钾。

5.1.2.3 3%过氧化氢溶液。

量取 30%过氧化氢 10 mL,溶于水,稀释至 100 mL。

5.1.2.4 硫酸溶液:1+4。

5.1.2.5 六次甲基四胺溶液:200 g/L。

5.1.2.6 氟化钠溶液:100 g/L。

该溶液过滤后,贮存于聚乙烯瓶内。

5.1.2.7 铁氰化钾溶液:100 g/L。

5.1.2.8 乙酸-乙酸钠缓冲液:pH5~6。

5.1.2.9 二甲酚橙指示液:2 g/L。

5.1.2.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)=0.05 mol/L。

5.1.3 测定

称取 2.5~3.0 g(精确至 0.001 g)一水硫酸锌或 4.0~4.5 g(精确至 0.001 g)七水硫酸锌试样,用水溶于 250 mL 量瓶中。若溶液混浊,滴加少量硫酸溶液酸化,用水稀释至刻度,混匀。

量取 10 mL 试液于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,摇匀,滴加铁氰化钾溶液,如无蓝色沉淀产生按 a. 法测试,如有蓝色沉淀产生则按 b. 法进行测试。

a. 移取 25.0 mL 试液于 250 mL 烧杯中,用水稀释至 100 mL,加入 2 g 氟化铵和 0.5 g 碘化钾,再加入二滴二甲酚橙指示液,然后滴加六次甲基四胺溶液至呈洋红色,加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,用 EDTA 标准滴定溶液缓慢滴定,溶液由洋红色变为柠檬黄为终点,记下消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积。

b. 移取 25.0 mL 试液于 250 mL 烧杯中,加入 2 mL 过氧化氢溶液,摇匀,于通风橱内加热至微沸,并保持 2 min,冷却后滴加硫酸溶液至溶液透明,用水稀释至 100 mL,加入 20 mL 氟化钠溶液和 1 g 碘化钾,然后加入二滴二甲酚橙指示液,滴加六次甲基四胺溶液至呈洋红色,加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,用 EDTA 标准滴定溶液缓慢滴定,溶液由洋红色变为柠檬黄为终点,记下消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的锌(Zn)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot V \times 0.06538}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定中消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——试样质量, g;

0.06538——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的锌的质量。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.1.5 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

5.2 游离酸含量的测定 容量法

5.2.1 方法提要

在甲基红-亚甲基蓝混合指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样溶液中的游离酸。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 不含二氧化碳的蒸馏水。

5.2.2.2 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

溶解 0.1 g 甲基红于 95% 乙醇 50 mL 中,再加入 0.05 g 亚甲基蓝,溶解后,用相同规格的乙醇稀释到 100 mL。

5.2.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液; $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.2.3 仪器、设备

微量滴定管: 10 mL。

5.2.4 测定

称取约 10 g (精确至 0.01 g) 硫酸锌试样,置于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解。如果溶液混浊,可进行过滤,并用蒸馏水洗涤数次,收集滤液和洗涤液于另一烧杯中。加 1~2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液于试液中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈灰绿色为终点,记下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

5.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离酸(以 H_2SO_4 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c \cdot V \times 0.0490}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定中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;

m ——试样质量, g;

0.0490——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸的质量。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.2.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.3 铅和镉含量的测定 火焰原子吸收分光光度法(仲裁法)

5.3.1 方法提要

在稀硝酸介质中,分别于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 和 228.8 nm 处,使用空气-乙炔火焰,采用标准曲线法测定铅、镉。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 钢瓶乙炔气。

5.3.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.3.2.3 铅标准溶液:100 mg/L。

5.3.2.4 镉标准溶液:10 mg/L。

按 HG/T 2843 配制 1 000 mg/L 标准原液。使用时,取一定量原液,用水准确稀释 100 倍。

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 原子吸收分光光度计。

5.3.3.2 铅、镉空心阴极灯。

5.3.4 铅的测定

5.3.4.1 工作曲线的绘制

按表 2 所示,移取铅标准溶液分别置于 6 个 100 mL 量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 铅工作曲线中吸取的标准溶液体积和相应铅质量

铅标准溶液体积,mL	0	0.5	1.0	2.0	5.0	10.0
相应铅质量,mg	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
注:标准溶液的配制,可根据样品中铅含量的多少和仪器灵敏度的高低适当调整。						

根据待测元素性质,对测量所用光谱带宽、灯电流、燃烧器高度、空气-乙炔气流量比进行最佳工作条件选择。然后,于波长 283.3 nm 处,用水调零,测定各标准溶液的吸光度。以各标准溶液铅的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.3.4.2 样品测定

称取 5~25 g 硫酸锌试样(精确至 0.001 g),溶于 30 mL 水中,加 5 mL 硝酸溶液,溶解后移入 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升,滤液供测定铅含量用。

将试液在与标准溶液测定相同条件下测定吸光度,在工作曲线上查出相应的铅质量。如有必要,用水稀释一定倍数后再测定。

同时从试液制备开始做空白试验。

5.3.4.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)的含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^3} \times D \times 100 \quad \dots \dots \dots (3)$$

式中: m_1 ——根据所测试液吸光度从工作曲线查出的铅的质量,mg;

m_0 ——根据所测空白试验吸光度从工作曲线查出的铅的质量,mg;

m ——试样质量,g;

D ——稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.3.4.4 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表3要求。

表3 铅含量平行测定结果的允许绝对差值

铅含量, %	≤0.005	>0.005~0.010	>0.010~0.020	>0.020
允许差值, % ≤	0.001	0.002	0.003	0.005

5.3.5 镉的测定

5.3.5.1 工作曲线的绘制

按表4所示,移取镉标准溶液置于7个100 mL量瓶中,加入5 mL硝酸溶液,稀释至刻度,摇匀。

表4 镉工作曲线中吸取的标准溶液体积和相应镉质量

镉标准溶液体积, mL	0	1.0	2.0	5.0	10.0	15.0	20.0
相应镉质量, μg	0	10	20	50	100	150	200
注:标准溶液的配制,可根据样品中镉含量的多少和仪器灵敏度的高低适当调整。							

根据待测元素性质,对测量所用光谱带宽、灯电流、燃烧器高度、空气-乙炔气流量比进行最佳工作条件选择。然后,于波长228.8 nm处,用水调零,测定各标准溶液的吸光度。以各标准溶液镉的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.3.5.2 样品测定

称取1~5 g硫酸锌试样(精确至0.001 g),溶于30 mL水中,加5 mL硝酸溶液,溶解后移入100 mL量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升,滤液供测定镉含量用。

将试液在与标准溶液测定相同条件下测定吸光度,在工作曲线上查出相应的镉质量。如有必要,用水稀释一定倍数后再测定。

同时从试液制备开始做空白试验。

5.3.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的镉(Cd)的含量(X_1)按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^6} \times D \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——根据所测试液吸光度从工作曲线查出的镉的质量, μg;

m_0 ——根据所测空白试验吸光度从工作曲线查出的镉的质量, μg;

m ——试样质量, g;

D ——稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.3.5.4 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表5要求。

表5 镉含量平行测定结果的允许绝对差值

镉含量, %	≤0.005	>0.005~0.010	>0.010~0.020	>0.020
允许差值, % ≤	0.001	0.002	0.003	0.005

5.4 铅和镉含量的测定 极谱法

5.4.1 方法提要

铅和镉在氯化钾溶液-盐酸溶液的支持电解质中,用动物胶或聚乙烯醇抑制极大,通氮气除氧,在

-0.2~-0.8 V 电压范围内,能连续描出良好的极谱波形。

5.4.2 试剂和材料

本方法用去离子水或纯度相当的水。

5.4.2.1 钢瓶氙气。

5.4.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.4.2.3 盐酸溶液:1+11。

5.4.2.4 氯化钾溶液:75 g/L。

5.4.2.5 抗坏血酸溶液:20 g/L。

5.4.2.6 动物胶或聚乙烯醇(PVA)溶液:5 g/L。动物胶溶液应在临用前配制。

5.4.2.7 铅标准溶液:100 mg/L。

5.4.2.8 镉标准溶液:100 mg/L。

5.4.3 仪器、设备

极谱仪:

a. 电解池的阳极,可用汞电极或饱和甘汞电极。

b. 银-氯化银电极:取 0.5 mm 直径的银丝约 20 cm 弯成螺旋形,用硝酸溶液洗净以后,再用蒸馏水冲洗干净,在氯化钾溶液中进行电解。银丝作阳极,另用铂片或石墨棒为阴极,直流电源为 1.5~3 V,电路中串联 500 Ω 电阻一只,电解数分钟,至银丝表面呈灰黑色为止。取一玻璃管($l \approx 10$ cm, $d \approx 5$ mm),一端用一小段素烧瓷涂环氧树脂封住,但素烧瓷的两端切不可涂上树脂。在玻璃管中加入饱和氯化钾溶液,插入电解后的银丝即可(如图 1)。

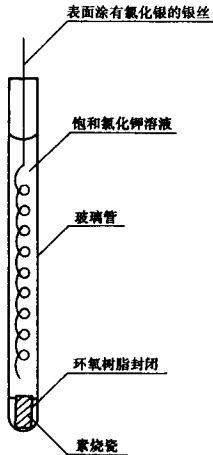


图 1 银-氯化银电极

5.4.4 测定

5.4.4.1 样品测定

称取约 10 g(精确至 0.01 g)硫酸锌试样,置于 100 mL 小烧杯中,加少量水和 5 mL 盐酸溶液,在电炉上加热至完全溶液。冷却,溶液转移到 50 mL 量瓶中,加入 5 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 氯化钾溶液和 1 mL 动物胶溶液(或 0.5 mL 聚乙烯醇溶液),用水稀释至刻度,摇匀。

倒出部分试液到电解池中,通氮气 5~10 min 后,选择适当的灵敏度,在-0.2~-0.8 V 范围内连续进行铅和镉的极谱图测定。

5.4.4.2 标准比较液的测定

另外称取约 10 g(精确至 0.01 g)硫酸锌试样在 100 mL 烧杯中,加少量水和 5 mL 盐酸溶液在电炉上加热至完全溶解,冷却。溶液转移到 50 mL 量瓶中,准确加入与试样中铅和镉含量近似的铅标准溶液和镉标准溶液,再依次加入 5 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 氯化钾溶液和 1 mL 动物胶溶液(或 0.5 mL 聚乙烯醇溶液),用水稀释至刻度,摇匀。

以下按 5.4.4.1 规定的操作步骤完成测定。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)或镉(Cd)含量(X_s)按式(5)计算:

$$X_s = \frac{h_1 m_0}{(h_2 - h_1) m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: h_1 ——试液波高,mm;

h_2 ——标准比较液波高,mm;

m_0 ——标准比较液中加入铅(镉)质量,g;

m ——试样质量,g。

两次平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。

5.4.6 允许差

平行测定结果的绝对差值:铅,同 5.3.4.4;镉,同 5.3.5.4。

5.5 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(仲裁法)

5.5.1 方法提要

在酸性介质中,砷通过碘化钾、氯化亚锡及初生态氢还原为砷化氢,用二乙基二硫代氨基甲酸银的吡啶溶液吸收砷化氢,生成红色可溶性胶态银,在波长 540 nm 处,测定其吸光度。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 无砷锌粒:0.5~1 mm。

5.5.2.2 二乙基二硫代氨基甲酸银($(C_2H_5)_2NCS_2Ag$ [简称 Ag(DDTC)]-吡啶溶液:5 g/L。

5.5.2.3 硫酸溶液: $c(1/2H_2SO_4)=15$ mol/L。

量取 420 mL 优级纯硫酸,缓缓注入约 580 mL 水中,冷却,混匀。

5.5.2.4 乙酸铅饱和溶液:200 g/L。

5.5.2.5 乙酸铅棉花。

5.5.2.6 碘化钾溶液:150 g/L。

溶解 15 g 碘化钾在水中,用水稀释至 100 mL,摇匀。

5.5.2.7 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.5.2.8 砷标准溶液:100 mg/L。

5.5.2.9 砷标准溶液:2.50 mg/L。

移取 25 mL 砷标准溶液(5.5.2.8)到 1 L 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用时制备。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 分光光度计及 1 cm 吸收池。

5.5.3.2 砷化氢发生器装置(如图 2 所示)。

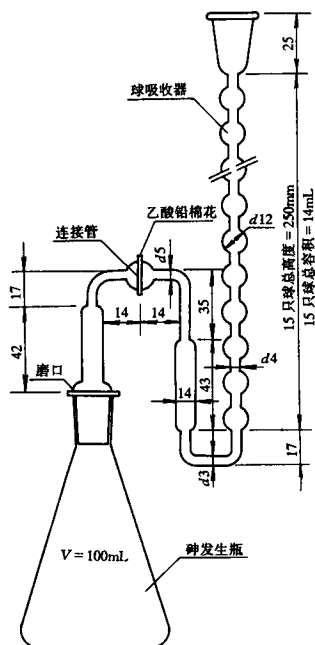


图2 砷化氢发生器装置(单位:mm)

- a. 锥形瓶: 容积 100 mL, 用于砷化氢发生。
- b. 连接管: 使用前装入乙酸铅棉花。
- c. 15 个小球管吸收器: 总高度约 250 mm, 总体积 14 mL。

注: 所有用于砷测定的玻璃仪器需用热的浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤, 并用水充分洗净、干燥。

5.5.4 测定

5.5.4.1 工作曲线的绘制

按表 6 所示, 吸取砷标准溶液(5.5.2.9)到 6 个锥形瓶中。

表 6 砷工作曲线中吸取的标准溶液体积和相应砷质量

砷标准溶液体积, mL	0	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
相应砷质量, μg	0	2.5	5.0	10	15	20

向上述锥形瓶各加 10 mL 硫酸溶液和一定量水至体积约为 40 mL, 加 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液混匀后放置 15 min, 放少量乙酸铅棉花在连接管内, 以吸收硫化氢。移取 5.0 mL Ag(DDTC)-吡啶溶液到球吸收器中, 按图 2 连接仪器。称量 5 g 锌粒加入锥形瓶中, 迅速连接好仪器, 使反应进行约 45 min。移去球吸收器, 充分摇匀溶液所生成的红色可溶性胶态银。用 1 cm 吸收池, 在波长 540 nm 处, 以砷含量为零的溶液作为参比溶液, 调节分光光度计至参比溶液吸光度为零后进行吸光度测定。

溶液颜色在暗处大约稳定 2 h, 测定在这期间进行。以砷含量(μg)作横坐标, 相应的吸光度为纵坐

标绘制工作曲线。

在每次应用新制好的 $\text{Ag}(\text{DDTC})$ -吡啶溶液和每次应用新一批的锌粒时,都要重新绘制工作曲线。

5.5.4.2 样品测定

称取一定量的硫酸锌试样(精确至 0.001 g)于锥形瓶中,试料含砷量不超过 20 μg ,加水溶解并稀释至 30 mL,依次加入 10 mL 硫酸溶液、2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液混匀。放置 15 min。

以下按 5.5.4.1 规定的操作步骤完成测定。

5.5.5 分析结果的表述

根据试液的吸光度,从工作曲线查出相应的砷含量。

以质量百分数表示的砷(As)含量(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_0}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中, m_0 ——由工作曲线查出的试液中砷的含量, μg ;

m ——试样质量,g。

取两平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.5.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2%。

5.6 砷含量的测定 古蔡法

5.6.1 方法提要

在酸性介质中,砷通过碘化钾、氯化亚锡及初生态氢还原为砷化氢。再与溴化汞试纸接触反应,生成的颜色与不同数量的砷标准溶液按同样操作所生成的一系列标准色阶比较。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 无砷锌粒:0.5~1 mm。

5.6.2.2 溴化汞试纸。

5.6.2.3 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=15 \text{ mol/L}$ 。

量取 420 mL 优级纯硫酸,缓缓注入约 580 mL 水中,冷却,混匀。

5.6.2.4 乙酸铅饱和溶液:200 g/L。

5.6.2.5 乙酸铅棉花。

5.6.2.6 碘化钾溶液:150 g/L。

溶解 15 g 碘化钾在水中,用水稀释至 100 mL,摇匀。

5.6.2.7 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.6.2.8 砷标准溶液:100 mg/L。

5.6.2.9 砷标准溶液:2.50 mg/L。

移取 25 mL 砷标准溶液(5.6.2.8)于 1 L 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用时制备。

5.6.3 仪器、设备

定砷器(如图 3)。

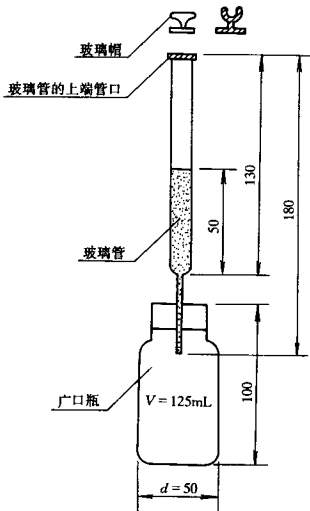


图3 定砷器(单位:mm)

5.6.3.1 广口瓶:容积125 mL,用于砷化氢的发生。

5.6.3.2 玻璃管:长180 mm,上部直径6.5 mm,管的末端有一直径约为2 mm的孔,使用前装入乙酸铅棉花,高约60 mm。

5.6.3.3 玻璃管的上端管口:表面磨平,下面有四个耳勾,供固定玻璃帽用。

5.6.3.4 玻璃帽:下面磨平,中央有孔与玻璃管连接,孔直径6.5 mm,下面有弯月形凹槽。

使用时,将溴化汞试纸夹在玻璃管上端管口玻璃帽中间,用橡皮圈将其固定。

5.6.4 测定

5.6.4.1 标准色阶的制备

分别移取0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL和8.0 mL砷标准溶液(5.6.2.9)于6个广口瓶中,加入10 mL硫酸溶液和一定量水至体积约为40 mL,再分别加2 mL碘化钾溶液、2 mL氯化亚锡溶液,混匀后放置15 min。

放少量乙酸铅棉花在玻璃管内,以吸收硫化氢。

称量5 g锌粒于广口瓶中,迅速按图3所示连接好仪器。

使反应进行45 min,取下溴化汞试纸。

5.6.4.2 样品测定

称取一定量的硫酸锌试样(精确至0.1 g)于广口瓶中,试料含砷量不超过20 μg,加入10 mL硫酸和一定量水至体积约为40 mL,再加2 mL碘化钾溶液、2 mL氯化亚锡溶液,混匀后放置15 min。

以下按5.6.4.1规定的操作过程完成测定,取下溴化汞试纸,与标准色阶比较。

5.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的砷(As)含量(X_7)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m_0}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中: m_0 ——与标准色阶比较测得的试液砷含量,μg;

m ——试样质量, g。

6 检验规则

6.1 农业用硫酸锌应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、品种、等级、各项技术指标、批号或生产日期、数量、产品净含量和本标准号。

6.2 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和检验方法,核验所收到的农业用硫酸锌是否符合本标准的要求。

6.3 农业用硫酸锌按批检验,以一天或两天的产量为一批,每批不超过 50 t。

6.4 取样方法:按 GB 6678—1986 中 6.6 条的规定确定采样单元数(见表 7),即总包装袋数不大于 512 时,取样按表 7 规定的取样单元数随机选取(大于 512 时,按 $3 \times \sqrt[3]{N}$ 选取, N 为总的包装袋数,如遇小数则进为整数)。取样时,用取样器沿袋口最长对角线斜插至料层深度的 $3/4$ 处取样。取样器应采用 GB 6679 中规定的末端开口的采样探子。每袋取样不少于 100 g,每批采样总量不少于 2 kg。小于 25 kg 的小包装的取样按 GB/T 17420 规定进行。将采出的样品混匀,用缩分器或四分法缩分至总量不少于 500 g,分装入两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶等具密闭性的容器中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、品种、等级、批号、取样日期、采样者姓名和单位。一瓶供检验分析,一瓶作为保留试样,密封保存六个月以备查验。

表 7 选取取样袋数的规定

总包装袋数	最少取样袋数	总包装袋数	最少取样袋
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

6.5 若检验结果中有一项指标不符合本标准时,应重新自两倍量的袋中采样进行复验。复验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格产品。

6.6 若供需双方对农业用硫酸锌质量发生异议时,按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》规定仲裁,仲裁应按本标准规定的检验规则和检验方法进行。

6.7 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。

7 包装、标识、贮存

7.1 农业用硫酸锌应采用双层包装。外包装采用塑料编织袋,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋。每袋净含量(25.0±0.1)kg、(40.0±0.2)kg或(50.0±0.2)kg。每批产品每袋平均净含量不低于 25 kg、40 kg 或 50 kg。小于 25 kg 的小包装的包装按 GB/T 17420 规定进行。产品包装件的质量应符合 GB 8569 的有关规定。

7.2 农业用硫酸锌包装袋上应有牢固清晰的标识,内容包括:生产厂名、生产厂址、产品名称、商标、品

种、等级、锌含量、批号或生产日期、净含量和本标准号,以及按 GB 191 规定的“怕湿”标志,并附使用说明。

7.3 农业用硫酸锌在运输过程中应防止雨淋、受潮和包装袋破裂。运输工具应清洁、干燥,不得与酸、碱物质混运。

7.4 农业用硫酸锌应贮放于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮,防止日晒、受热,不得与酸、碱混贮。
