

四川宏达股份有限公司

作业性文件

标 题：乙二胺四乙酸锌钠中游离锌、锌（ETDA 螯合）、
pH、水不溶物检测方法

文件编号：Q/HD 3·160 —2020

版 次：A

分发编号：

编 制：雷羽 日期：2020年3月28日

审 批：李军 日期：2020年3月28日

发布日期：2020年3月28日 实施日期：2020年3月28日

1 方法范围

本方法规定了乙二胺四乙酸锌钠中游离锌、锌（EDTA 螯合）、pH、水不溶物检测方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法制定时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB6682 分析实验室用水规格和实验用水

GB/T601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

3 游离 Zn 含量的测定

3.1 原理

样品用水溶后，在氨-氯化铵缓冲溶液中，以铬黑 T 为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

3.2 试剂和溶液

3.2.1 氢氧化钠：100g/L。

3.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液：称取 54.0g 氯化铵，溶于水，加 350mL 氨水，稀释至 1000mL，pH 值约为 10。

3.2.3 铬黑 T 指示剂：将 1.0g 铬黑 T 与 100.0g 氯化钠混合，研细。

3.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液（0.05mol/L）。

3.3 测定

称取 0.4g 试样于锥形瓶中（准确至 0.0002g），加入 50mL 水溶解后用 NaOH（100g/L）直接调节 pH≈10（可放试纸在三角瓶内），加入 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液，混匀后，加入铬黑 T 指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液（0.05mol/L）滴定至纯蓝色为终点。同时做试剂空白试验。

3.4 结果计算

$$\text{游离 Zn\%} = \frac{c(V - V_0) \times 0.006538}{m} \times 100$$

其中：V—滴定中消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 —空白实验消耗乙二胺四乙酸二钠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；

0.006538—与 1.00mLEDTA 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。

3.5 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%。

4 Zn (EDTA 螯合) 含量的测定

4.1 原理

样品用氧化性酸分解后，在氨-氯化铵缓冲溶液中，以铬黑 T 为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点，测得总锌含量，再减去游离锌含量，即得到 Zn (EDTA 螯合) 含量。

4.2 试剂和溶液

4.2.1 氧化性酸：将 2 体积的硝酸加入 1 体积的高氯酸中，混匀。

4.2.2 硝酸。

4.2.3 高氯酸。

4.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液：称取 54.0g 氯化铵，溶于水，加 350mL 氨水，稀释至 1000mL，pH 值约为 10。

4.2.5 氢氧化钠：100g/L。

4.2.6 铬黑 T 指示剂：将 1.0g 铬黑 T 与 100.0g 氯化钠混合，研细。

4.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液（0.05mol/L）。

4.3 测定

称取 0.4g 试样于锥形瓶中（精确至 0.0002g），加 5mL 氧化性酸，在通风橱内置于电炉上加热，缓慢煮沸至白烟逸出，直至透明近干，稍冷再加 5mL 氧化性酸继续分解一次，冷却。加入 50mL 水，用氢氧化钠（100g/L）中和至刚好有沉淀出现，加入 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液，混匀后，加入铬黑 T 指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液（0.05mol/L）滴定至纯蓝色为终点。同时做试剂空白试验。

4.4 结果计算

$$\text{Zn(EDTA 螯合)\%} = \frac{c(V - V_0) \times 0.06538}{m} \times 100 - \text{游离 Zn\%}$$

其中：V—滴定中消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 —空白实验消耗乙二胺四乙酸二钠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 1.00mLEDTA 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。

4.5 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 水不溶物含量的测定

5.1 仪器

5.1.1 玻璃砂芯坩埚： G_4 ，孔径为 $5\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$ ；

5.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.2 测定方法：

称取 5.0g 试样(精确至 0.0001g),置于 400mL 烧杯中,溶于 100mL 沸水中,冷却至室温。用预先在 (105±2) °C 干燥箱中干燥至恒重的 G4 坩埚抽滤,并用热水洗涤玻璃砂坩埚内的滤渣至吸附在滤渣上的样品主体完全洗去,置于(105±2) °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.3 结果计算:

$$\text{水不溶物}\% = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

式中: m_1 —烘后水不溶物和玻璃砂芯坩埚的质量, g;

m_2 —玻璃砂芯坩埚的质量, g;

m —试样的质量, g。

5.4 允差

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 pH 值的测定

6.1 仪器

酸度计,精确度为 0.02pH 单位。

6.2 测定方法

称取 1.00g±0.01g 试样,置于 300mL 烧杯中,加入 100mL 去二氧化碳的水,充分搅拌 3min,静置 15min,测定 pH 值。

6.3 结果保留到小数点后两位。

6.4 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20pH 单位。