



中华人民共和国国家标准

GB/T 10512—2008
代替 GB/T 10512—1989

硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

Determination of phosphorus content for nitrophosphate—
Quinoline phosphomolybdate gravimetric method

2008-06-17 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准是硝酸磷肥、硝酸磷钾肥试验方法系列标准之一,下面列出了这些系列国家标准:

- GB/T 10511《硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 10512《硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》;
- GB/T 10513《硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 10514《硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法》;
- GB/T 10515《硝酸磷肥粒度的测定》;
- GB/T 10516《硝酸磷肥颗粒平均抗压碎力的测定》。

本标准代替 GB/T 10512—1989《硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》。

本标准与 GB/T 10512—1989 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均执行 HG/T 2843 标准;
- 将有效磷的提取剂由中性柠檬酸铵改成 37.5 g/L 的乙二胺四乙酸二钠溶液;
- 在试剂和材料一章增加了安全警示的内容。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准起草单位:天脊煤化工集团有限公司、国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人:张家宏、王寅、李永平、郭炼红、杨一。

本标准于 1989 年首次发布。

硝酸磷肥中磷含量的测定

磷钼酸喹啉重量法

1 范围

本标准规定了用磷钼酸喹啉重量法测定硝酸磷肥、硝酸磷钾肥中的磷含量。

本标准适用于各种工艺生产的硝酸磷肥、硝酸磷钾肥中水溶性磷和有效磷含量的测定。

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 10511—2008 硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

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

3 原理

用水和乙二胺四乙酸二钠溶液提取硝酸磷肥、硝酸磷钾肥中水溶性磷和有效磷,提取液中正磷酸根离子在酸性介质中与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,用磷钼酸喹啉重量法测定磷的含量。

4 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液具有腐蚀性,操作者应小心谨慎!若溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

本标准所用试剂、水及溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 中规定。

4.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,37.5 g/L;

称取 37.5 g EDTA 于 1 000 mL 烧杯中,加入少量水溶解,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2 喹钼柠酮试剂;

4.3 硝酸溶液,1+1。

5 仪器

5.1 通常实验室用仪器;

5.2 恒温干燥箱,能控制 (180 ± 2) ℃;

5.3 玻璃坩埚式滤器,4号,容积 30 mL;

5.4 恒温水浴振荡器,能控制温度 (60 ± 2) ℃的往复式振荡器或回旋式振荡器。

6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

6.1 试样称量

称取含有 100 mg~180 mg 五氧化二磷的试样(试样制备见 GB/T 10511—2008 中 6.1),精确至 0.000 2 g。

6.2 水溶性磷的提取

按 6.1 称取试样,置于 75 mL 的瓷蒸发器中,加约 25 mL 水研磨,将清液倾注过滤于预先加入 5 mL 硝酸溶液的 250 mL 容量瓶中。继续用水研磨 3 次,每次用约 25 mL 水,然后将水不溶物转移到滤纸上,用水洗涤水不溶物,待容量瓶中溶液达 200 mL 左右为止。最后用水稀释至刻度,混匀,即为试液 A,供测定水溶性磷用。

6.3 有效磷的提取

按 6.1,另外称取试样置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL EDTA 溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使试样分散于溶液中,置于(60±2)℃的恒温水浴振荡器中,保温振荡 1 h(振荡频率以量瓶内试样能自由翻动即可)。然后取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初部分滤液,即得试液 B,供测定有效磷用。

6.4 水溶磷的测定

用移液管吸取 25 mL 试液 A,移入 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。在电炉上加热至沸,取下,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1 min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温,冷却过程中转动烧杯(3~4)次。

用预先在(180±2)℃干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器过滤,先将上层清液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀(1~2)次,每次用 25 mL 水,将沉淀移入滤器中,再用水洗涤,共用水 125 mL~150 mL,将沉淀连同滤器置于(180±2)℃干燥箱内,待温度达到 180℃后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

6.5 有效磷的测定

用移液管吸取 25 mL 试液 B,移入 500 mL 烧杯中。以下操作按 6.4 进行。

6.6 空白试验

除不加试样外,须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行测定。

7 分析结果的表述

7.1 水溶磷含量(w_1)及有效磷含量(w_2),以五氧化二磷(P_2O_5)质量分数计,数值以%表示,分别按式(1)和式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m_3 \times (25/250)} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 32.07}{m_3} \dots\dots\dots(1)$$

$$w_2 = \frac{(m_4 - m_5) \times 0.03207}{m_6 \times (25/250)} \times 100 = \frac{(m_4 - m_5) \times 32.07}{m_6} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_1 ——测定水溶性磷所得磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——测定水溶性磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值,单位为克(g);
- 0.03207——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;
- m_3 ——测定水溶性磷时,试料质量的数值,单位为克(g);
- 25——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);
- m_4 ——测定有效磷所得磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值,单位为克(g);
- m_5 ——测定有效性磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值,单位为克(g);
- m_6 ——测定有效磷时,试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7.2 允许差

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%。

7.3 硝酸磷肥、硝酸钾肥中水溶性磷占有有效磷的百分率(X),数值以%表示,按式(3)计算:

$$X = \frac{w_1}{w_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_1 ——水溶性磷的质量分数(%);

w_2 ——有效磷的质量分数(%)。

计算结果表示到小数点后一位。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硝酸磷肥中磷含量的测定
磷钼酸喹啉重量法
GB/T 10512—2008

*

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 6 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32952

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



GB/T 10512-2008