

GB/T 10209.2—2001

水溶性磷占有效磷百分率的计算见 3.1.8。

3.2.8 允许差
同 3.1.9。

GB/T 10209.2—2001

ICS 65.080
G 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 10209.2—2001
代替 GB/T 10207—1988
GB/T 10208—1988

磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量的测定

Determination of available phosphorus content for
monoammonium phosphate and diammonium phosphate



GB/T 10209.2—2001

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-22720

定价: 8.00 元

2001-07-26 发布

2002-01-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中华人民共和国
国家标准
磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量的测定
GB/T 10209.2—2001

*
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.bzcb.com
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 8 千字
2005年7月第一版 2005年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-22720 定价 8.00 元

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

3.2.2 试剂和溶液

同 3.1.2 和

3.2.2.1 百里香酚蓝-酚酞混合指示液;

3.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$;

3.2.2.3 盐酸标准滴定溶液, $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$;

3.2.2.4 不含二氧化碳的水。

3.2.3 仪器和设备

通常实验室用仪器和

3.2.3.1 恒温水浴振荡器,能控制温度 $(60 \pm 1) \text{ C}$ 的往复式振荡器或回旋式振荡器。

3.2.4 水溶性磷的提取

按 3.1.4 步骤进行。

3.2.5 有效磷的提取

按 3.1.5 步骤进行。

3.2.6 磷的测定

用单标线吸管吸取 3.2.4 所得试液 A 20 mL,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,在电热板上微沸 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。冷却过程转动烧杯 3~4 次。

用单标线吸管吸取 3.2.5 所得试液 B 10 mL,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,在电热板上微沸 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。冷却过程转动烧杯 3~4 次。

分别过滤试液 A 和 B 中沉淀,用中速定性滤纸或脱脂棉花将上层清液滤完,然后以倾泻法洗涤沉淀 3~4 次,每次约 25 mL 水,将沉淀转移到滤器上,继续用不含二氧化碳的水洗涤至滤液无酸性(取约 20 mL 滤液,加 1 滴指示剂和 1 滴氢氧化钠溶液,所呈颜色与同处理体积蒸馏水所呈的颜色相近为止)。将沉淀连同滤纸或脱脂棉转移到原烧杯中,用不含二氧化碳的水洗涤漏斗,将洗涤液全部转移至烧杯中,用滴定管或单标线吸管加入氢氧化钠标准滴定溶液,充分搅拌至沉淀溶解,然后再过量约 10 mL,加 100 mL 不含二氧化碳的水,再加几滴混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色经灰蓝色变为微黄色为终点。

同时进行空白试验。

3.2.7 分析结果的表述

水溶性磷的含量或有效磷的含量(w_4)以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 0.002730}{m_{03} \times (20/500)} \times 100$$

$$= \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 6.825}{m_{03}} \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_1 ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_3 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_4 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m_{03} ——试料的质量, g;

0.002730——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的五氧化二磷 (P_2O_5) 以克表示的质量。

3.1.5 有效磷的提取

另外称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 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±1)℃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。

3.1.6 水溶性磷的测定

用单标线吸管吸取试液 A 20 mL,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,取下烧杯,冷却至室温。冷却过程转动烧杯 3~4 次。

用预先在(180±2)℃干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器过滤,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,将沉淀移入过滤器中,再用水洗涤,所用水共 125~150 mL,将沉淀连同过滤器置于(180±2)℃干燥箱中,待温度达到 180℃后,干燥 45 min,取出移入干燥器中冷却至室温,称量。

同时进行空白试验。

3.1.7 有效磷的测定

用单标线吸管吸取试液 B 10 mL,移入 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。以下操作按 3.1.6 步骤进行。同时进行空白试验。

3.1.8 分析结果的表述

水溶性磷的含量(w_1)以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_{01} \times (20/500)} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 80.175}{m_{01}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——测定水溶性磷所得磷钼酸喹啉沉淀的质量,g;

m_2 ——空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量,g;

m_{01} ——试料的质量,g;

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数。

有效磷的含量(w_2)以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.032\ 07}{m_{02} \times (10/250)} \times 100 = \frac{(m_3 - m_4) \times 80.175}{m_{02}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_3 ——测定有效磷所得磷钼酸喹啉沉淀的质量,g;

m_4 ——空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量,g;

m_{02} ——试料的质量,g;

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

水溶性磷占有有效磷的质量分数(w_3),按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{w_1}{w_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

3.1.9 允许差

平行测定的绝对差值不大于 0.30%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.60%。

3.2 磷钼酸喹啉容量法

3.2.1 原理

用水和乙二胺四乙酸二钠溶液提取磷酸一铵和磷酸二铵中有效磷,提取液(若有必要,先进行水解)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,用过量的氢氧化钠标准滴定溶液溶解沉淀,再用盐酸标准滴定溶液返滴定。

前 言

本标准是对 GB/T 10207—1988《磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量测定》和 GB/T 10208—1988《料浆法磷酸一铵中有效磷含量测定》的修订,将上述两项标准合并为一项。

本版与前版的主要差异是:

- 1 有效磷的提取剂及其浓度有所改变;
- 2 提取有效磷的温度和时间有所改变;
- 3 测定水溶性磷和有效磷由原来先做水溶性磷,再加枸溶性磷为有效磷,改为分别称样,直接测定水溶性磷和有效磷含量。

4 取消了钒钼酸铵分光光度法;

5 试剂溶液等的配制统一采用 HG/T 2843—1997 标准。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 10207—1988 和 GB/T 10208—1988。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

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:国家化肥质量监督检验中心(上海)、四川什化股份有限公司。

本标准主要起草人:杨一、敬文忠、杨晓霞、黄大雄、商照聪。

本标准于 1988 年首次发布。