

## GB 10512—89

本标准参照采用ISO 6598 《肥料——磷含量的测定——磷钼酸喹啉重量法》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定用水和中性柠檬酸铵溶液提取有效磷，并以磷钼酸喹啉重量法测定磷含量。

本标准适用于各种流程生产的硝酸磷肥中水溶性磷及有效磷含量的测定。

### 2 原理

用水和中性柠檬酸铵溶液提取硝酸磷肥中正磷酸离子，溶液中正磷酸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，过滤、洗涤、干燥和称重沉淀，计算磷含量。

### 3 试剂和溶液

分析中，除非另有说明，限用分析纯试剂、蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 柠檬酸(HG 3—1108)。

3.2 氢氧化铵(GB 631)。

3.3 钼酸钠(HG 3—1087)。

3.4 硝酸(GB 626)：1+1溶液。

3.5 喹啉(不含还原剂)。

3.6 丙酮(GB 686)。

3.7 中性柠檬酸铵，pH=7.0，在20℃时密度为1.09。

溶解370g柠檬酸在1.5L水中，加354mL氢氧化铵使接近中性，若 $\text{NH}_4 < 28\%$ ，可相应地加大氢氧化铵用量，并减少溶解柠檬酸的水量，冷却，用酸度计校正pH值，以1+7氢氧化铵或柠檬酸溶液调节溶液pH=7.0，用蒸馏水稀释使其在20℃时密度为1.09，体积约2L。制备好的溶液贮存在密封紧塞的瓶中，时常核检pH值，如pH值改变，重新调节pH=7.0。

3.8 喹钼柠酮试剂

3.8.1 溶液A：溶解70g钼酸钠在加有100mL水的400mL烧杯中；

3.8.2 溶液B：溶解60g柠檬酸在加有100mL水的1000mL烧杯中，加85mL硝酸；

3.8.3 溶液C：把溶液A加到溶液B中，混匀；

3.8.4 溶液D：混合35mL硝酸和100mL水在400mL烧杯中，并加5mL喹啉；

3.8.5 溶液E：把溶液D加到溶液C中，混匀，静置一夜，用滤纸过滤，滤液中加入280mL丙

酮, 用水稀释至1000mL。溶液贮存在聚乙烯瓶中, 放于暗处, 避光避热。

## 4 仪器

通常实验室用仪器及以下设备。

4.1 玻璃坩埚式滤器: 4号, 容积30mL;

4.2 恒温干燥箱: 能维持 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ ;

4.3 水浴。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样溶液的制备

#### 5.1.1 水溶性磷提取

称取1.5~2.0g试样, 精确到0.001g, 将试样置于75mL体积的瓷蒸发皿中, 加25mL水研磨, 按倾泻法将试液倾注过滤到预先注入5mL硝酸溶液的250mL容量瓶中, 洗涤、研磨试样三次, 每次用25mL水, 然后将水提取后的不溶物转移到滤纸上, 用水洗涤瓷蒸发皿和不溶物至容量瓶中溶液达200mL左右为止, 用水稀释至刻度, 混匀。溶液供测定水溶性磷用, 不溶物作中性柠檬酸铵溶性磷用。

#### 5.1.2 中性柠檬酸铵溶性磷的提取

将(5.1.1)中提取水溶性磷后的不溶物连同滤纸一并转移到250mL容量瓶中, 然后加入100mL预先加热到 $65^\circ\text{C}$ 的中性柠檬酸铵, 盖上瓶塞, 振荡至滤纸分裂为纤维状为止。将容量瓶置于 $65 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中保温提取1h, 每隔10min振荡一次。从水浴中取出容量瓶, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 混匀, 用干燥滤纸和漏斗过滤于干燥的烧杯中, 弃去最初几毫升滤液。滤液供测定中性柠檬酸铵溶性磷用。

### 5.2 磷的测定

#### 5.2.1 水溶性磷含量的测定

用移液管吸取15.0mL试样溶液(5.1.1), 注入400mL烧杯中, 加入10mL硝酸溶液, 用水稀释至100mL, 加热煮沸数分钟, 加入35mL喹钼柠酮试剂, 用表面皿盖上烧杯, 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 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的4号玻璃坩埚式滤器抽滤, 先将上层清液滤完, 然后以倾泻法洗涤沉淀1~2次(每次用25mL水), 将沉淀转移到滤器中, 再用水继续洗涤, 所用水共125~150ml将带有沉淀的滤器置于 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱内, 待温度达到后干燥45min, 移入干燥器中冷却, 称量。

#### 5.2.2 有效磷(水溶性磷+中性柠檬酸铵溶性磷)含量的测定

用移液管分别吸取15.0mL试样溶液(5.1.1)、(5.1.2), 于400mL烧杯中, 加入10mL硝酸溶液, 用水稀释至100mL, 以下按5.2.1“加热煮沸数分钟……”规定的操作步骤进行。

### 5.3 空白试验