



中华人民共和国国家标准

GB/T 10209.2—2010
代替 GB/T 10209.2—2001

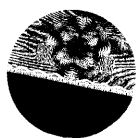
磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第2部分：磷含量

Determination of monoammonium phosphate and diammonium phosphate—
Part 2: Phosphorus content

2010-06-30 发布

2011-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法
第 2 部分:磷含量
GB/T 10209.2—2010

*

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 8 千字
2010 年 8 月第一版 2010 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-40257 定价 14.00 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

前 言

GB/T 10209《磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法》分为四个部分：

- 第1部分：总氮含量；
- 第2部分：磷含量；
- 第3部分：水分；
- 第4部分：粒度。

本部分是 GB/T 10209 的第2部分。

本部分代替 GB/T 10209.2—2001《磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量的测定》。

本版与前版的主要差异是：

- 标准名称由《磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量的测定》改为《磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第2部分：磷含量》；
- 按照新要求对标准格式进行了改写；
- 增加了安全警示的内容。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、安徽六国化工股份有限公司。

本部分主要起草人：杨一、黄化锋、周勇明、穆永峰、商照聪。

本部分于1989年首次发布(GB/T 10207—1988和GB/T 10208—1988)，2001年第一次修订。

磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法

第2部分：磷含量

1 范围

GB/T 10209 的本部分规定了磷酸一铵、磷酸二铵中的磷含量的测定方法。

本部分适用于各种工艺生产的磷酸一铵、磷酸二铵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 GB/T 10209 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

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磷酸一铵、磷酸二铵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（仲裁法）或磷钼酸喹啉容量法测定水溶性磷和有效磷的含量。

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！如溅到皮肤上应立即用水冲洗或适合的方式进行处理，严重者应立即治疗。

本部分中所用试剂、溶液和水，在未注明规格和配制方法时，均应符合 HG/T 2843 的规定。

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；

4.4 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ ；

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

4.6 百里香酚蓝-酚酞混合指示液；

4.7 不含二氧化碳的水。

5 仪器

5.1 通常实验室用仪器；

5.2 恒温干燥箱：能控制 $(180\pm 2)^\circ\text{C}$ ；

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 $(60\pm 2)^\circ\text{C}$ 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 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

6.1.1 水溶性磷的提取

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 75 mL 的瓷蒸发器中,加少量水润湿、研磨,再加约 25 mL 水研磨,将清液倾注过滤于预先加入 5 mL 硝酸溶液的 500 mL 容量瓶中。继续用水研磨三次,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 400 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。

6.1.2 有效磷的提取

另外称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g,含有五氧化二磷的量不宜超过 450 mg),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 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 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。

6.1.3 水溶性磷的测定

用移液管吸取 20 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 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥至恒量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 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱内,待温度达到 180 °C 后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

6.1.4 有效磷的测定

用移液管吸取 10 mL 试液 B,移入 500 mL 烧杯中。以下操作按 6.1.3 进行。

6.1.5 空白试验

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

6.1.6 分析结果的表述

水溶性磷含量(w_1),以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数计,数值以%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质量的数值,单位为克(g);

m_{01} ——测定水溶性磷时,试料质量的数值,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;

20——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

500——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

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,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的数值,单位为克(g);

m_4 ——测定有效磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_{02} ——测定有效磷时,试料质量的数值,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;

10——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)。

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。

6.1.7 允许差

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

6.1.8 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 ——水溶性磷含量的数值,以质量分数(%)表示;

w_2 ——有效磷含量的数值,以质量分数(%)表示。

计算结果表示到小数点后一位。

6.2 磷钼酸喹啉容量法

6.2.1 水溶性磷的提取

同6.1.1。

6.2.2 有效磷的提取

同6.1.2。

6.2.3 水溶性磷的测定

沉淀的步骤同6.1.3第一段。

过滤试液A中的沉淀,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滴百里香酚蓝-酚酞混合指示液和1滴氢氧化钠溶液,所呈颜色与相同处理体积蒸馏水所呈颜色相近为止)。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,将洗涤液全部转移到烧杯中,准确加入氢氧化钠溶液,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。

6.2.4 有效磷的测定

用移液管吸取10 mL试液B,移入500 mL烧杯中。以下操作按6.2.3进行。

6.2.5 空白试验

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

6.2.6 分析结果的表述

水溶性磷含量或有效磷含量(w_3),以五氧化二磷(P_2O_5)质量分数计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$\begin{aligned} w_3 &= \frac{c_1(V_1 - V_2) \times 0.002\,730}{m_{03}/(10/250)} \times 100 \\ &= \frac{c_1(V_1 - V_2) \times 6.825}{m_{03}} \quad \dots\dots\dots (4) \end{aligned}$$

式中:

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

0.002 730——与每毫摩尔盐酸相当的五氧化二磷的质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m_{03} ——试料质量的数值,单位为克(g)。

GB/T 10209.2—2010

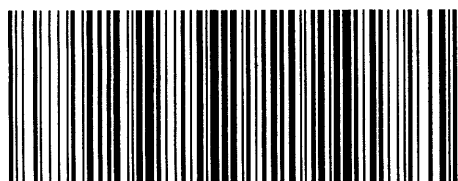
计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.2.7 允许差

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

6.2.8 水溶性磷占有效磷的百分率的计算

同 6.1.8。



GB/T 10209.2-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40257

定价: 14.00 元