



中华人民共和国国家标准

GB/T 10209.3—2010
代替 GB/T 10209.3—2001

磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第 3 部分：水分

Determination of monoammonium phosphate and diammonium phosphate—
Part 3: Water 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



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3部分。

本部分代替 GB/T 10209.3—2001《磷酸一铵、磷酸二铵中水分的测定》。

本版与前版的主要差异是：

- 卡尔·费休法中吸取试液的体积由 10.0 mL 改为 5.0 mL；
- 增加了安全警示的内容；
- 按新要求对标准格式进行了重新编写。

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：商照聪、黄化锋、周勇明、穆永峰、杨一。

本部分于 1989 年首次发布(GB/T 10210—1988)，2001 年第一次修订。

磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法

第3部分：水分

1 范围

GB/T 10209 的本部分规定用卡尔·费休法和真空烘箱法测定磷酸一铵、磷酸二铵中的游离水含量。

本部分适用于各种工艺生产的磷酸一铵、磷酸二铵中游离水含量的测定。

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。

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）（GB/T 6283—2008，ISO 760:1978，NEQ）

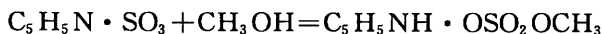
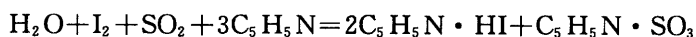
HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 测定

3.1 卡尔·费休法（仲裁法）

3.1.1 原理

试料中的游离水与已知水的滴定度的卡尔·费休试剂进行定量反应，反应式如下：



3.1.2 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液易燃且对人体有毒有害，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，如有不适应立即就医。

本部分所用试剂、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。

3.1.2.1 甲醇：含水量 $\leq 0.05\%$ ，如含水量 $> 0.05\%$ ，向 500 mL 甲醇中加入 5A 分子筛约 50 g，塞上瓶塞，放置过夜，吸取上层清液使用；

3.1.2.2 二氧六环：经脱水处理，方法同 3.1.2.1；

3.1.2.3 无水乙醇：经脱水处理，方法同 3.1.2.1；

3.1.2.4 卡尔·费休试剂；

注：无吡啶的卡尔·费休改进试剂也可使用，但在仲裁时，只能使用含吡啶的试剂。

3.1.2.5 5A 分子筛：直径 3 mm~5 mm 颗粒，用作干燥剂。使用前于 500℃ 下焙烧 2 h 并在内装新鲜分子筛的干燥器中冷却。使用过的分子筛可用水洗涤、烘干、焙烧、再生后备用。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 通常实验室用仪器；

3.1.3.2 卡尔·费休直接电量滴定仪器：按 GB/T 6283 配备，或与其性能相当的卡尔·费休仪器；

3.1.3.3 离心机：医用，(0~4 000)r/min；

3.1.3.4 注射器:5 mL 和 50 mL。

3.1.4 分析步骤

3.1.4.1 卡尔·费休试剂的标定

按 GB/T 6283 规定步骤,用水或二水酒石酸钠来标定卡尔·费休试剂的水的滴定度 T 。

3.1.4.2 测定

做两份试料的平行测定。

称取游离水含量不大于 150 mg 的试样 1.5 g~2.5 g,精确至 0.000 2 g,置于 125 mL 带盐水瓶橡皮塞的锥形瓶中,盖上瓶塞,用注射器注入 50.0 mL 二氧六环(除仲裁必须使用外,可用无水甲醇或无水乙醇代替),摇动或振荡几分钟,静置 15 min,再摇动或振荡几分钟,待试料稍为沉降后,取部分试液于带盐水瓶橡皮塞的离心管中离心,吸取上层清液测定游离水含量。

通过卡尔·费休直接电量滴定仪的排泄嘴将滴定容器中残液放完,用注射器经瓶塞注入 50 mL 甲醇于滴定容器中,甲醇量应足以淹没电极,接通电源,打开电磁搅拌器,与标定卡尔·费休试剂相同的方法,用卡尔·费休试剂滴定至电流计产生与标定时同样的偏斜,并保持稳定 1 min。

用注射器从离心管中取出 5.0 mL 试液,经加料口注入滴定容器中,用卡尔·费休试剂滴定至终点,记录所消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_1)。

用二氧六环作萃取剂时,应在三次滴定后将滴定容器中残液放完,加入甲醇,用卡尔·费休试剂滴定至同样终点,再进行下一次测定。

3.1.4.3 空白试验

以同样方法,测定 5.0 mL 二氧六环所消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_2),进行平行测定。

3.1.5 分析结果的表述

水分 w_1 ,以水(H_2O)的质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{T(V_1 - V_2)}{m \times \frac{5}{50} \times 1000} \times 100 = \frac{(V_1 - V_2)T}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——滴定 5.0 mL 试液所消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

T ——卡尔·费休试剂对水的滴定度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,保留至两位小数。

3.1.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

3.2 真空烘箱法

3.2.1 原理

在一定温度下,试料在真空烘箱中减压干燥,质量损失表示为水分。

3.2.2 仪器

3.2.2.1 通常实验室用仪器;

3.2.2.2 电热恒温真空干燥箱(真空烘箱):温度可控制在 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,真空度可控制在 64 kPa~71 kPa;

3.2.2.3 真空泵;

3.2.2.4 称量瓶:带磨口盖,直径 50 mm,高 30 mm。

3.2.3 分析步骤

做两份试料的平行测定。

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g)于预先干燥至恒量的称量瓶中,置于 $(50\pm 2)^{\circ}\text{C}$,通干燥空气调节真空度为 64 kPa~71 kPa 的真空烘箱中干燥 $2\text{ h}\pm 10\text{ min}$,取出,在干燥器中冷却至室温,称量。

3.2.4 分析结果的表述

水分 w_2 ,以水(H_2O)的质量分数计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——干燥前试料质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——干燥后试料质量的数值,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作为测定结果。

3.2.5 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

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 3 部分：水分
GB/T 10209.3—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

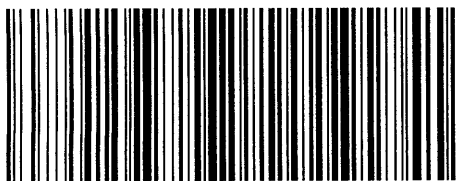
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2010 年 8 月第一版 2010 年 8 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40258 定价 14.00 元



GB/T 10209.3-2010

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