



# 中华人民共和国国家标准

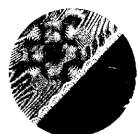
GB/T 24890—2010

## 复混肥料中氯离子含量的测定

Determination of chloride content for compound fertilizers

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  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准是复混肥料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 8571—2008《复混肥料 实验室样品制备》;
- GB/T 8572—2010《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 8573—2010《复混肥料中有效磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》;
- GB/T 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》;
- GB/T 8576—2010《复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法》;
- GB/T 8577—2010《复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 24890—2010《复混肥料中氯离子含量的测定》;
- GB/T 24891—2010《复混肥料粒度的测定》。

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(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、黑龙江省谷粮复合肥料有限公司。

本标准主要起草人:李崇明、朱涛、苏刚。

## 复混肥料中氯离子含量的测定

### 1 范围

本标准规定了复混肥料(复合肥料)中氯离子含量的测定。

本标准适用于复混肥料(复合肥料)中氯离子含量的测定。

### 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 8571 复混肥料 实验室样品制备

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

### 3 原理

试料在微酸性溶液中,加入过量的硝酸银溶液,使氯离子转化成为氯化银沉淀,用邻苯二甲酸二丁酯包裹沉淀,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准溶液滴定剩余的硝酸银。

### 4 试剂和材料

本方法中所用试剂、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 邻苯二甲酸二丁酯;

4.2 硝酸溶液:1+1;

4.3 硝酸银溶液[ $c(\text{AgNO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$ ]:称取 8.7 g 硝酸银,溶解于水中,稀释至 1 000 mL,储存于棕色瓶中;

4.4 氯离子标准溶液(1 mg/mL):准确称取 1.648 7 g 经 270 °C~300 °C 烘干至质量恒定的基准氯化钠于烧杯中,用水溶解后,移入 1 000 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀,储存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯离子( $\text{Cl}^-$ );

4.5 硫酸铁铵指示液(80 g/L):溶解 8.0 g 硫酸铁铵于 75 mL 水中,过滤,加几滴硫酸,使棕色消失,稀释至 100 mL;

4.6 硫氰酸铵标准滴定溶液[ $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.05 \text{ mol/L}$ ]:称取 3.8 g 硫氰酸铵溶解于水中,稀释至 1 000 mL。

标定方法如下:准确吸取 25.0 mL 氯离子标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液和 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。加入水,使溶液总体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙红色或浅砖红色为止。同时进行空白试验。

硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度  $c(\text{mol/L})$  按式(1)计算:

$$c = \frac{m_1}{0.03545 \times (V_0 - V_1)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V_0$ ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定剩余的硝酸银所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$m_1$ ——所取氯离子标准溶液中氯离子的质量的数值,单位为克(g);

0.035 45——氯离子的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

计算结果保留到小数点后四位。

## 5 分析步骤

做两份试料的平行测定。

按 GB/T 8571 规定制备实验室样品。

称取试样约 1 g~10 g(精确至 0.001 g)(称样量范围见表 1)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,缓慢加热至沸,继续微沸 10 min,冷却至室温,溶液转移到 250 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初的部分滤液。

表 1 称样量范围

氯离子含量( $w_1$ )/%	$w_1 < 5$	$5 \leq w_1 \leq 25$	$w_1 > 25$
称样量/g	10~5	5~1	1

准确吸取一定量的滤液(含氯离子约 25 mg)于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,加入 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。

加入水,使溶液总体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙红色或浅砖红色为止。同时进行空白试验。

## 6 分析结果的表述

### 6.1 分析结果的计算

氯离子的质量分数  $w_1$ ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_2) \times c \times 0.035\ 45}{m_2 \times D} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_0$ ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定试液时所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m_2$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$D$ ——测定时吸取试液体积与试液的总体积的比值;

0.035 45——氯离子的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

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。

### 6.2 允许差

氯离子含量测定的允许差应符合表 2 的要求。

表 2 氯离子含量测定的允许差

氯离子含量( $w_1$ )/%	$w_1 < 5$	$5 \leq w_1 \leq 25$	$w_1 > 25$
平行测定结果的绝对差值/%	0.20	0.30	0.40
不同实验室测定结果的绝对差值/%	0.30	0.40	0.60

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
复混肥料中氯离子含量的测定  
GB/T 24890—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](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

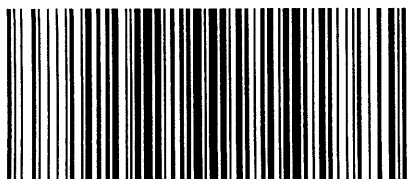
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字  
2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-40255 定价 14.00 元



GB/T 24890—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