

中国国家标准汇编

130

GB 10510~10614

中国标准出版社

1 9 9 2

(京)新登字 023 号

中国国家标准汇编

130

GB 10510~10614

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

河北省霸州市印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 47 字数 1 488 千字

1993 年 9 月第一版 1993 年 9 月第一次印刷

印数 1—	7 500〔精〕	定价	39.50 元〔精〕
	1 700〔平〕		34.50 元〔平〕

*

ISBN 7-5066-0683-6/TB·267〔精〕

ISBN 7-5066-0684-4/TB·268〔平〕

*

标 目	209—03〔精〕
	209—04〔平〕

出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为第 130 分册,收入了国家标准 GB 10510~10614 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1992 年 9 月

目 录

GB 10510—89	硝酸磷肥	(1)
GB 10511—89	硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法	(4)
GB 10512—89	硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法	(8)
GB 10513—89	硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法	(11)
GB 10514—89	硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法	(14)
GB 10515—89	硝酸磷肥粒度测定	(16)
GB 10516—89	硝酸磷肥颗粒平均抗压强度测定	(18)
GB 10517—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅技术条件	(20)
GB 10518—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅干燥样品二氧化硅含量的测定	(23)
GB 10519—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅颜色的比较法	(25)
GB 10520—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 45 μm 筛余物的测定	(27)
GB 10521—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅加热减量的测定	(31)
GB 10522—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅干燥样品灼烧减量的测定	(33)
GB 10523—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅水悬浮液 pH 值的测定	(35)
GB 10524—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅总含铜量的测定	(39)
GB 10525—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅总含锰量的测定	(42)
GB 10526—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅总含铁量的测定	(45)
GB 10527—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅折光率的测定	(48)
GB 10528—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定	(50)
GB 10529—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅比面积的测定 氮吸附方法	(52)
GB 10530—89	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收	(63)
GB 10531—89	水处理剂 硫酸亚铁	(66)
GB 10532—89	水处理剂 六聚偏磷酸钠	(72)
GB 10533—89	水处理剂 聚丙烯酸	(79)
GB 10534—89	水处理剂 聚丙烯酸钠	(89)
GB 10535—89	水处理剂 水解聚马来酸酐	(98)
GB 10536—89	水处理剂 氨基三甲叉膦酸(固体)	(104)
GB 10537—89	水处理剂 羟基乙叉二膦酸二钠	(112)
GB 10538—89	锅炉用水和冷却水分析方法 季铵盐的测定 三氯甲烷萃取分光光度法	(121)
GB 10539—89	锅炉用水和冷却水分析方法 钾离子的测定 火焰光度法	(123)
GB 10540—89	油槽车输油用橡胶软管	(125)
GB 10541—89	近海停泊排吸油橡胶软管的分类、规格和基本技术要求	(128)
GB 10542—89	内燃机燃油系统输送常规液体燃油用纯胶管和橡胶软管	(134)
GB 10543—89	飞机地面加油和泄油用橡胶软管	(146)
GB 10544—89	钢丝缠绕增强外覆橡胶的液压橡胶软管和软管组合件	(157)
GB 10545—89	农业喷雾用橡胶软管	(163)
GB 10546—89	液化石油气(LPG)橡胶软管	(166)

GB 10547—89	柑桔储藏	(172)
GB 10548—89	聚合物增强热塑性材料排吸软管	(176)
GB 10549—89	照相级有机物产品的编号原则	(185)
GB 10550—89	照相级无水亚硫酸钠	(190)
GB 10551—89	照相级硫代硫酸钠	(194)
GB 10552—89	照相级对苯二酚	(197)
GB 10553—89	照相级无水碳酸钾	(200)
GB 10554—89	照相级硼酸	(204)
GB 10555—89	照相级四硼酸钠(硼砂)	(207)
GB 10556—89	照相级碳酸钠	(210)
GB 10557—89	感光材料光谱灵敏度测定方法	(214)
GB 10558—89	感光材料均方根颗粒度测定方法	(219)
GB 10559—89	乐器用钢丝	(224)
GB 10560—89	矿用高强度圆环链用钢技术条件	(229)
GB 10561—89	钢中非金属夹杂物显微评定方法	(234)
GB 10562—89	金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法	(250)
GB 10563—89	医用缝合针钢丝	(257)
GB 10564—89	非机械弹簧用碳素弹簧钢丝	(260)
GB 10565—89	硬质合金量规毛坯	(264)
GB 10566—89	硬质合金机夹可重磨刀片	(268)
GB 10567—89	黄铜线、棒材残余应力氨熏检验方法	(275)
GB 10568—89	优质铝及铝合金热轧板	(278)
GB 10569—89	优质铝及铝合金冷轧板	(285)
GB 10570—89	精制铝箔	(295)
GB 10571—89	铝及铝合金焊接管	(301)
GB 10572—89	优质铝及铝合金挤压棒材	(308)
GB 10573—89	有色金属细丝拉伸试验方法	(318)
GB 10574.1—89	锡铅焊料化学分析方法 碘酸钾滴定法测定锡量	(324)
GB 10574.2—89	锡铅焊料化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铈量	(328)
GB 10574.3—89	锡铅焊料化学分析方法 溴酸钾滴定法测定铈量	(331)
GB 10574.4—89	锡铅焊料化学分析方法 硫脲分光光度法测定铈量	(334)
GB 10574.5—89	锡铅焊料化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	(337)
GB 10574.6—89	锡铅焊料化学分析方法 砷铈钼蓝分光光度法测定砷量	(340)
GB 10574.7—89	锡铅焊料化学分析方法 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法测定铜量···	(344)
GB 10574.8—89	锡铅焊料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量	(347)
GB 10574.9—89	锡铅焊料化学分析方法 电位滴定法测定银量	(351)
GB 10574.10—89	锡铅焊料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锌量	(354)
GB 10574.11—89	锡铅焊料化学分析方法 铬天青 S-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法测定 铝量	(358)
GB 10574.12—89	锡铅焊料化学分析方法 催化示波极谱法测定镉量	(361)
GB 10574.13—89	锡铅焊料化学分析方法 磷钼钼杂多酸-结晶紫分光光度法测定磷量	(364)
GB 10574.14—89	锡铅焊料化学分析方法 蒸馏示波极谱法测定硫量	(367)
GB 10575—89	无水氯化锂	(371)

GB 10576—89	高纯碳酸锂	(373)
GB 10577—89	高纯五氧化二钽	(376)
GB 10578—89	高纯五氧化二铌	(378)
GB 10579—89	有溶剂绝缘漆检验、包装、标志、贮存和运输通用规则	(380)
GB 10580—89	固体绝缘材料在试验前和试验时采用的标准条件	(382)
GB 10581—89	固体绝缘材料在高温下绝缘电阻和体积电阻率的试验方法	(386)
GB 10582—89	测定因绝缘材料而引起的电解腐蚀的试验方法	(389)
GB 10583—89	铈矿地质勘探规范	(398)
GB/T 10584—89	有载分接开关应用导则	(418)
GB 10585—89	中小型同步电机励磁系统基本技术要求	(423)
GB 10586—89	湿热试验箱技术条件	(433)
GB 10587—89	盐雾试验箱技术条件	(442)
GB 10588—89	长霉试验箱技术条件	(449)
GB 10589—89	低温试验箱技术条件	(455)
GB 10590—89	低温/低气压试验箱技术条件	(464)
GB 10591—89	高温/低气压试验箱技术条件	(476)
GB 10592—89	高低温试验箱技术条件	(488)
GB 10593.1—89	电工电子产品环境参数测量方法 振动	(495)
GB 10593.2—90	电工电子产品环境参数测量方法 盐雾	(497)
GB 10593.3—90	电工电子产品环境参数测量方法 振动数据处理和归纳	(501)
GB 10594—89	甜椒	(511)
GB 10595—89	带式输送机 技术条件	(515)
GB 10596.1—89	埋刮板输送机 型式与基本参数	(530)
GB 10596.2—89	埋刮板输送机 技术条件	(539)
GB 10596.3—89	埋刮板输送机 试验方法	(544)
GB 10597.1—89	卷扬式启闭机 型式与基本参数	(551)
GB 10597.2—89	卷扬式启闭机 技术条件	(559)
GB 10598.1—89	旋转钻机	(565)
GB 10598.2—89	旋转钻机 工业试验方法	(569)
GB 10599—89	多绳摩擦式提升机	(577)
GB 10600—89	拉丝机	(582)
GB 10601—89	管式捻股机和成绳机	(587)
GB 10602—89	润滑装置及元件 检查验收规则	(593)
GB 10603—89	一般起重用锻造卸扣	(596)
GB 10604—89	矿用机械正铲式挖掘机	(606)
GB 10605—89	中心传动式浓缩机	(613)
GB 10606.1—89	空气分离设备术语 基本术语	(620)
GB 10606.2—89	空气分离设备术语 单元设备	(624)
GB 10606.3—89	空气分离设备术语 稀有气体提取设备	(629)
GB 10606.4—89	空气分离设备术语 低温液体贮运设备	(633)
GB 10606.5—89	空气分离设备术语 透平膨胀机	(637)
GB 10606.6—89	空气分离设备术语 低温液体泵	(645)
GB 10607—89	空气分离设备 产品型号编制方法	(648)

GB 10608—89	平压模切机	(658)
GB 10609.1—89	技术制图 标题栏	(663)
GB 10609.2—89	技术制图 明细栏	(666)
GB 10609.3—89	技术制图 复制图的折叠方法	(672)
GB 10609.4—89	技术制图 对缩微复制原件的要求	(683)
GB 10610—89	触针式仪器测量表面粗糙度的规则和方法	(687)
GB 10611—89	工业用网 网孔 尺寸系列	(694)
GB 10612—89	板厚 $<3\text{ mm}$ 的圆孔和方孔筛板	(701)
GB 10613—89	板厚 $\geq 3\text{ mm}$ 的圆孔和方孔筛板	(713)
GB 10614—89	芯型弹性联轴器	(728)

硝酸磷肥

GB 10510—89

Nitrophosphate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸磷肥的技术要求、试验方法、检验规则、包装标志和贮存运输。
本标准适用于以硝酸分解磷矿后加工制得的氮磷比为2:1的氮磷复合肥料。

2 引用标准

- GB 6678 固体化工产品采样通则
- GB 6679 化工产品采样总则
- GB 8569 固体化学肥料包装
- GB 10511 硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法
- GB 10512 硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法
- GB 10513 硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法
- GB 10514 硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法
- GB 10515 硝酸磷肥粒度的测定
- GB 10516 硝酸磷肥颗粒平均抗压强度的测定

3 技术要求

- 3.1 外观：浅灰色或乳白色的颗粒肥料。
- 3.2 硝酸磷肥应符合表1的要求。

表 1 硝酸磷肥技术要求 %

指 标 名 称	指 标		
	优 级 品	一 级 品	合 格 品
总氮含量(N) ≥	27.0	26.0	25.0
有效磷含量(P ₂ O ₅) ≥	13.5	12.0	11.0
水溶性磷占有效磷百分数 ≥	70	55	40
游离水含量 ≤	0.6	1.0	1.2
粒度 φ1~φ4 mm 颗粒百分率 ≥	95	90	85
颗粒平均抗压强度 N ≥	50	50	50

4 试验方法

- 4.1 总氮含量测定
按 GB 10511 检验。

- 4.2 有效磷含量测定
按 GB 10512 检验。
- 4.3 游离水含量测定
按 GB 10513 和 GB 10514 检验。
- 4.4 粒度测定
按 GB 10515 检验。
- 4.5 颗粒平均抗压强度测定
按 GB 10516 检验。

5 检验规则

- 5.1 硝酸磷肥应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的硝酸磷肥符合本标准要求。每批出厂的硝酸磷肥都应附有质量证明书,证明书包括下列内容:生产厂名称、产品名称、产品级别、批号、生产日期、产品净重和本标准编号。
- 5.2 使用单位有权按照本标准规定的检验规则、检验方法,对所收到的硝酸磷肥进行检验,检验其指标是否符合本标准要求。
- 5.3 硝酸磷肥按批检验,以每班生产量为一批。粒度 $\phi 1\sim\phi 4\text{ mm}$ 颗粒百分率和颗粒平均抗压强度两项指标每天分析一次。
- 5.4 取样
- 5.4.1 袋装硝酸磷肥应按表2随机取样。

表 2

总 袋 数	取 样 袋 数	总 袋 数	取 样 袋 数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~500	24
152~181	17	—	—

超过500袋按式(1)计算取样袋数:

$$\text{取样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{n} \dots\dots\dots (1)$$

式中: n —— 每批硝酸磷肥总袋数,袋。

按表2(或式(1)计算)抽出的样品袋数,置于平放位置。从最长对角线插入取样针至袋深3/4处,采取均匀不少于0.1 kg 实验室样品,每批取样总量不少于2 kg。

5.4.2 成品计量秤下料端和包裹筒成品输送机皮带上的取样,每隔2 h 采取均匀样一次,每次取样量

约0.5 kg。

5.5 样品缩分

将采取的样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至1 kg,分装于两个洁净、干燥的1 000 mL具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中,粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、批号、取样日期、取样人姓名。一瓶作实验室样品,一瓶密封保存一个月,以供查检。

5.6 试样制备

取100 g实验室样品,迅速研磨至全部通过0.5 mm孔径的筛子,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,作成分分析用。余下的实验室样品作颗粒平均抗压强度和粒度测定。

5.7 如果检验结果有一项指标不符合本标准时,应重新选取两倍量的包装单元从中采样,进行复验。重新检验的结果即使只有一项不符合本标准要求时,则整批硝酸磷肥应列为不合格品。

5.8 如供需双方对产品的质量发生异议,需要仲裁时,按国家标准局国标发〔1985〕035号《全国产品质量仲裁检验暂行办法》文规定仲裁。仲裁时,应按本标准规定的检验方法进行仲裁。

5.9 同一分析项目有两种测定方法时,以方法一为仲裁分析法。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 硝酸磷肥的包装按GB 8569规定进行,每袋净重 40 ± 0.4 kg,平均每袋净重不得低于40 kg。

6.2 硝酸磷肥包装件上应刷有下列标志:产品名称、商标、N-P养分含量、本标准号、净重、生产厂名称。

6.3 硝酸磷肥应贮存于阴凉干燥处。在贮运过程中应防潮、防晒、防破裂。

附加说明:

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会提出,由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院、山西化肥厂负责起草。

本标准主要起草人刘妙德、刘惟洮、何巧娟、张文伟、王黎宏、邢世兰。

中华人民共和国国家标准

硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

UDC 631.85
:543.24
:546.17
GB 10511—89

The determination of total nitrogen content for
nitrophosphate titrimetric method after distillation

本标准等效采用 ISO 5315《肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定用蒸馏后滴定法测定硝酸磷肥中总氮含量。

本标准适用于各种流程生产的硝酸磷肥中总氮含量的测定。

2 引用标准

GB 601 滴定分析用标准溶液的制备

JJG 196 玻璃仪器计量检定规程

3 原理

在酸性介质中,用金属铬粉或定氮合金将硝酸盐和亚硝酸盐还原为铵,再加过量的氢氧化钠溶液碱化,蒸馏出来的氨被一定体积的硫酸标准溶液吸收,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准溶液滴定过量的酸。

4 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。

4.1 金属铬:粉末,粒度 $\leq 250\ \mu\text{m}$,或定氮合金(Al45%-Cu50%-Zn5%),粒度 $\leq 200\sim 300\ \mu\text{m}$ 。

4.2 硫酸(GB 625): $\rho=1.84\ \text{g/mL}$ 。

4.3 氢氧化钠(GB 629):400 g/L 的溶液。

4.4 盐酸(GB 622): $\rho=1.18\ \text{g/mL}$ 。

4.5 硝酸铵(GB 659)或硫酸铵(GB 1396):优级纯,于100℃下干燥至恒重。

4.6 硫酸标准溶液: $c_1(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.50, 0.20, 0.10\ \text{mol/L}$,按 GB 601 配制与标定。

4.7 氢氧化钠标准溶液: $c_2(\text{NaOH})=0.1\ \text{mol/L}$,按 GB 601 配制与标定。

4.8 广范 pH 试纸。

4.9 甲基红、亚甲基蓝混合指示剂溶液:50 mL、2 g/L 甲基红乙醇溶液(4.10),同 50 mL、1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液混合。

4.10 甲基红乙醇指示剂溶液:溶解 0.1 g 甲基红于 50 mL、95%(V/V)乙醇中。

5 仪器

通常实验室用仪器及以下仪器。

5.1 还原仪器：一个基耶达烧瓶(1 000 mL 圆底、长颈烧瓶)和一个梨形空心玻璃塞。

5.2 蒸馏仪器：仪器示图如图1。包括：单球防溅球管；预端开口的、容积100 mL 圆筒形滴液漏斗；阿里因(Allihn)式带有七只容积100 mL 扩大球泡的冷凝管(或其他形式等效率冷凝管)，出口带有导管；接受器、容积500 mL 锥形瓶。

5.3 防爆沸颗粒或防爆沸装置：后者由一根长10 mm 直径5 mm 玻璃棒连接在一根长25 mm 聚乙烯管上。

5.4 滴定管：50 mL、二支，符合 JJG 196, A 级。

6 分析步骤

6.1 还原

称取约0.5~1.0 g 试样于烧瓶中，精确到0.001 g，加水使总体积为35 mL，静置10 min，时而缓慢摇动，以保证所有硝酸盐溶解。加1.5~2.0 g 铬粉，10 mL 盐酸，在室温下至少静置5 min，但不超过10 min。将烧瓶置于通风橱内的加热装置上(加热装置提供的热能应能使250 mL 水在7~7.5 min 内加热至激烈沸腾)，加热4.5 min，冷却，然后进行6.2操作。

或称取约0.5~1.0 g 试样于烧瓶中，准确到0.001 g，加200 mL 蒸馏水，定氮合金3~5 g，然后进行6.2操作。

注：以铬粉还原为第一法，以定氮合金还原为第二法。

6.2 蒸馏

在烧瓶中放几粒防爆沸颗粒或设防爆沸装置。采用防爆沸装置时，用聚乙烯一端接触烧瓶底部。

根据试样预计的氮含量，取表中一种硫酸标准溶液的合适体积于接受器中，加4~5滴指示剂(4.9)，装上接受器，导管的末端应插入硫酸标准溶液中。若溶液量少，可在接受器中加适量水。

按蒸馏仪器示图安装。至少注入50 mL 氢氧化钠溶液于圆筒形滴液漏斗中，小心地将溶液放入蒸馏瓶中，关闭活塞，保留约2 mL 溶液在滴液漏斗中。开启冷却水，加热烧瓶使内容物沸腾，逐渐增加加热速度，使内容物达到激烈沸腾。在蒸馏期间，烧瓶内容物应保持碱性。

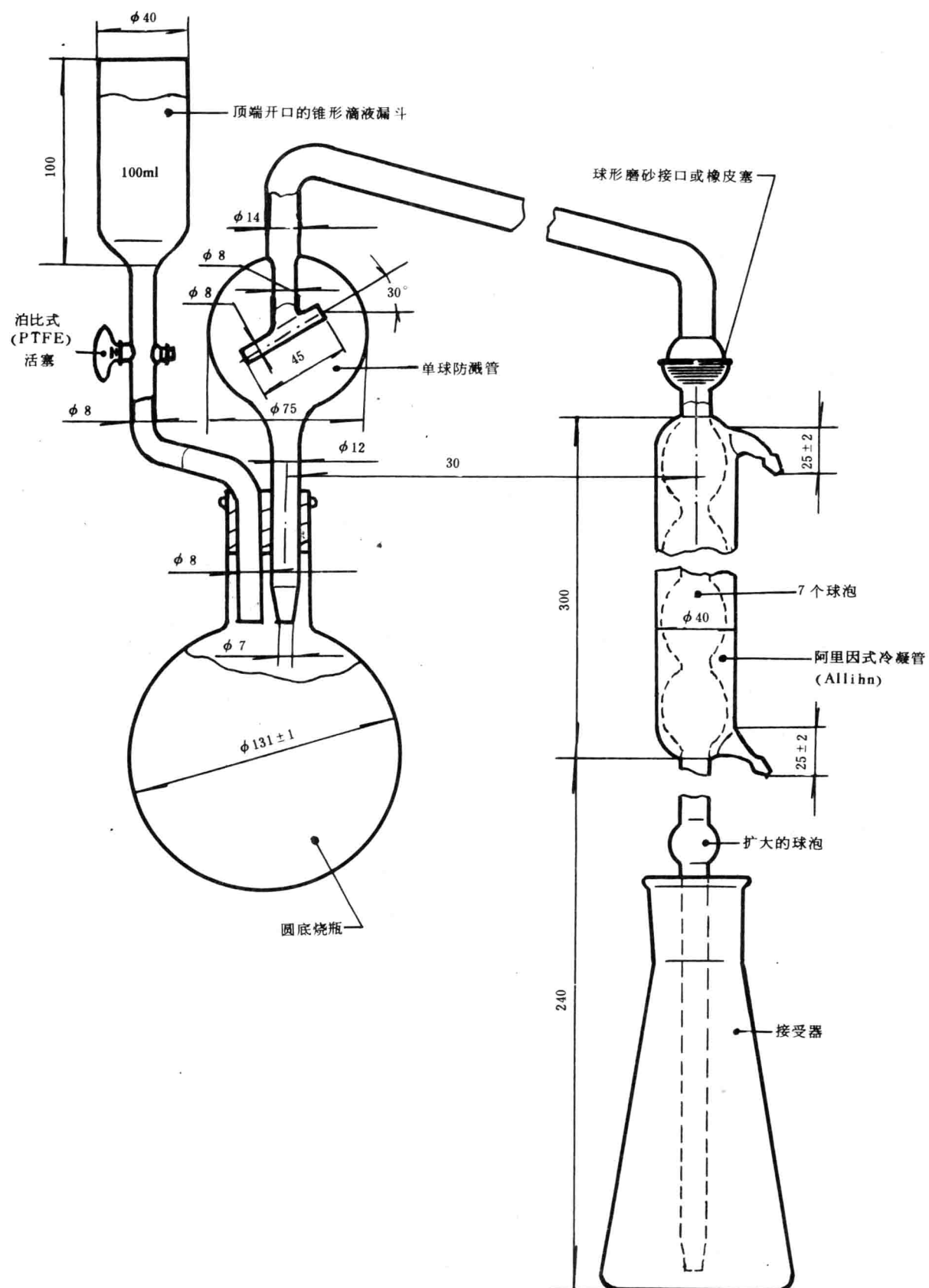
至少收集150 mL 馏出液后，部分撤去接受器，而导管仍在接受器边上，用 pH 试纸检验蒸出的馏出液，以确证氮全部蒸出，移去热源。

从冷凝管上拆下防溅球管，用水冲洗冷凝管和扩大球泡的内部及导管的外部，收集于接受器中。

试样中预计氮含量 mg	硫酸标准溶液浓度 mol/L	硫酸标准溶液体积 mL
65~80	0.20	35.0
80~100		40.0
100~125		50.0
125~170	0.50	25.0
170~200		30.0
200~235		35.0
235~270		40.0
270~300		45.0

6.3 滴定

用氢氧化钠标准溶液返滴定过量酸到指示剂颜色呈灰绿色为终点。



蒸馏仪器

6.4 空白试验

在测定的同时,按同样的操作步骤,同样试剂,但不含试样,用硫酸标准溶液 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.10\text{ mol/L}$ 进行空白试验。

6.5 核对试验

使用新配制的含100 mg 氮的硝酸铵或硫酸铵定期核对仪器的效率和方法的准确度。核对试验应采取和试样测定及空白试验相同的条件,并使用同一指示剂溶液。

7 结果的计算

总氮含量 x ,以氮(N)的质量百分数表示,按下式计算:

$$x = \frac{[c_1 \cdot V_1 - c_2 \cdot V_2 - (c_1 \cdot V_3 - c_2 \cdot V_4)] \times 0.01401}{m} \times 100$$

式中: c_1 ——测定及空白试验时,使用硫酸标准溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定时,使用硫酸标准溶液的体积, mL;

V_2 ——测定时,使用氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_3 ——空白试验时,使用硫酸标准溶液的体积, mL;

V_4 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

0.01401——与 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1.000\text{ mol/L}$ 的1.00 mL 硫酸溶液相当的氮的质量, g;

m ——试样的质量, g。

8 允许差

8.1 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

8.2 平行测定结果的绝对差值不大于0.20%。

8.3 不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.60%。

附加说明:

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会提出,由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院、山西化肥厂负责起草。

本标准主要起草人刘妙德、刘惟洮、何巧娟、张文伟、王黎宏。

中华人民共和国国家标准

硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

UDC 631.85
:543.21
:546.18
GB 10512—89

The determination of phosphorus content for
nitrophosphate—Quinoline phosphomolybdate gravimetric method

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370 g 柠檬酸在1.5 L 水中,加354 mL 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2 L。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70 g 钼酸钠在加有100 mL 水的400 mL 烧杯中;
- 3.8.2 溶液 B:溶解60 g 柠檬酸在加有100 mL 水的1 000 mL 烧杯中,加85 mL 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35 mL 硝酸和100 mL 水在400 mL 烧杯中,并加5 mL 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280 mL 丙酮,用水稀释至1 000 mL。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30 mL;
- 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1.5~2.0 g 试样,精确到0.001 g,将试样置于75 mL 体积的瓷蒸发皿中,加25 mL 水研磨,按倾泻法将试液倾注过滤到预先注入5 mL 硝酸溶液的250 mL 容量瓶中,洗涤、研磨试样三次,每次用25 mL 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200 mL 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250 mL 容量瓶中,然后加入100 mL 预先加热到 65°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1 h,每隔10 min 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15.0 mL 试样溶液(5.1.1),注入400 mL 烧杯中,加入10 mL 硝酸溶液,用水稀释至100 mL,加热煮沸数分钟,加入35 mL 喹钼柠酞试剂,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25 mL 水),将沉淀转移到滤器中,再用水继续洗涤,所用水共125~150 mL。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45 min,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15.0 mL 试样溶液(5.1.1)、(5.1.2),于400 mL 烧杯中,加入10 mL 硝酸溶液,用水稀释至100 mL,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

在测定的同时,按同样的操作步骤,同样试剂,但不含试样进行空白试验。

6 结果的计算

水溶性磷(P_2O_5)含量 x_1 ,以质量百分数表示,按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_0 \times \frac{V}{250}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 801.75}{m_0 V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量,g;

m_2 ——空白试验所得磷钼酸喹啉的质量,g;

m_0 ——试样的质量,g;

V ——沉淀所吸取提取液的体积,mL;

0.032 07——磷钼酸喹啉沉淀质量换算为五氧化二磷质量的系数。