

磷肥和复合肥料

生产分析规程

化学工业部化肥司
中国磷肥工业协会

组织编写

化学工业出版社

磷肥和复合肥料生产 分 析 规 程

化学工业部化肥司
中国磷肥工业协会 组织编写

化 学 工 业 出 版 社

(京)新登字039号

内 容 提 要

本书为建国以来第一部较系统地汇编了磷肥和复合肥料生产的分析规程。介绍了过磷酸钙；钙镁磷肥；传统法和料浆法磷铵；冷冻法和混酸法硝酸磷肥；重过磷酸钙；盐酸法、硫酸法和过磷酸钙浸取法饲料磷酸氢钙、黄磷等产品及其副产品的原料、成品和生产控制全过程的标准分析方法和国内外先进、快速而行之有效的分析方法。同时介绍了分析方法的基础知识和基本操作；生产中排放物及环境中有害物质的监测分析和其它分析方法。书末附有分析工作中常用数据表及单位换算等，便于查阅。

本规程供磷肥和复合肥料生产厂分析人员和工程技术人员使用。也可供科研院所技术人员、大专院校分析专业师生教学参考。

磷肥和复合肥料生产分析规程

化学工业出版社 组织编写
中国磷肥工业协会

责任编辑：王士君

封面设计：李德懿

*

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里3号)
化学工业出版社印刷厂印刷
三河市前程装订厂装订
新华书店北京发行所经销

*

开本787×1092¹/₁₆印张49插页2字数1210千字

1993年11月第1版 1993年11月北京第1次印刷

印数 1—3,400

ISBN 7-5025-1207-1/TQ·698

定价 62.00 元

《磷肥和复合肥料生产分析规程》

编辑委员会

主 任 (主编) 林 乐

副主任 (副主编) 蒋家远

委 员 (以姓氏笔划排列)

戚钦炳、任文幹、张义方、张令仪

序

建国以来,我国的磷肥和复合肥料工业得到了较快的发展。目前磷肥产量已达到450万吨五氧化二磷,居世界第二位。产品除过磷酸钙和钙镁磷肥外,相继发展了重过磷酸钙、磷酸一铵、磷酸二铵、硝酸磷肥、磷酸氢钙和各种氮磷钾复肥等品种。随着生产的发展,我国对磷肥和复合肥料生产中使用的原料、燃料、产品、副产品的检验分析、生产控制和环境保护监测等,都积累了丰富的经验。为此,化学工业部化肥司和中国磷肥工业协会决定组织全国从事磷复肥分析检验工作的部分专家和技术人员把这些经验系统地加以整理,出版《磷肥和复合肥料生产分析规程》,供从事磷肥、复肥的工厂、科研、院校中的分析化验人员学习应用和技术人员、教学人员参考。

全书共分分析基础和基础操作;原料分析;成品分析;生产控制分析;排放物以及环境中有害物质的分析;副产品分析;其他分析等七个部分。为方便读者应用,在附录中列有有关物化数据以及单位换算计算表、非标准溶液和缓冲溶液的配制等。在编写中,我们力求选用先进、可靠和实用的分析检验方法,并按照规范化、标准化进行编写。如在原材料、成品、副产品的分析方法中,均采用了最新修订的标准;规程所采用的格式、名称、表示方法,全部按照《标准化工作导则化学分析标准》的规定编写;对指示剂、标准溶液、杂质标准溶液等的配制和表示方法,全部按照“化学试剂基础标准”的要求进行编写,规程中全部采用法定计量单位。对尚未制定标准的部分原燃料,为满足生产的需要,分析检验方法列入第四篇生产控制分析中。为了提高工作效率,加快分析速度,使分析检验工作起到跟踪指导生产的作用,本规程的生产控制分析中,介绍了国内外先进、快速而行之有效的仪器分析方法。如对火焰原子吸收分光光度计、离子选择性电极、 α 射线荧光光谱仪、流动注射分析仪器等都作了较详细的叙述。本规程还通过对“一般分析基础”、“化学分析基础”、“仪器分析基础”以及在主要分析项目中对基础理论的阐述,以提高和加深磷肥和复合肥料分析检验工作者对本规程中所制定的分析方法的理 解。

本规程经三次审稿及审稿会反复讨论,力争各方面严谨准确,但由于我们水平有限,时间紧迫,在本规程执行过程中所发现的问题,请及时告诉我们,并敬请读者给予批评指正。

林 乐

一九九三年元月

前 言

为了完善和加强质量管理工作,提高分析人员的素质和技术水平,化工部化肥司和中国磷肥工业协会于1990年8月组成了编辑委员会。确定了编写人员和编写分工,根据化学工业出版社的编写要求,整理、编写了第一部较完整的磷肥和复合肥料生产分析规程。

本规程在编辑过程中,本着尽量减少篇幅又能方便操作人员使用的原则,凡是分析中所用的溶液均为分析纯,在使用处不再另注明,特殊溶液在使用处注明;常用标准溶液、缓冲溶液、指示剂的配制等均列入第一篇,使用处不再重复。个别试剂的配制,在使用的章节中作具体介绍;原料、成品均采用我国最新标准。但对于部分较早的标准中的计量单位进行了改正,对个别方法进行了适当的充实。标准若有修订,则按新标准执行;在生产控制分析中,所选用的先进、快速、切实可行、有推广应用价值的分析方法,各品种可互相参考借鉴。为操作人员使用方便,规程中测定步骤除全部参见某方法外,一般都保留完整的测定步骤,出现了必要的重复;排放物以及环境中有害物质在大气中的监测,由于系各地环保部门负责,本规程未列此内容。本规程编写人员与分工如下(按产品顺序和姓氏笔划排列)。

1. 各品种供稿人 过磷酸钙:李士毅、李文英、侯在平;钙镁磷肥:吴梅英、吴汉英、查华珍;传统法磷铵:林桂芳、张令仪;料浆法磷铵:黎志兰;冷冻法硝酸磷酸:牛琦田、李海林;混酸法硝酸磷酸:刘汝彬、邢世兰、宋荣先、高叶冰;重过磷酸钙:刘衍书、杨发景、张明高、戚金良、曾广济;盐酸法饲料磷酸氢钙:刘汝芝、朱惠仙、唐龙贵、谢增群;硫酸法、过磷酸钙浸取法饲料磷酸氢钙:朱英杰、李仁秀;黄磷:周吉光;特约:时正元(磷矿中镉含量的分析)。

2. 各品种校稿人 傅军、华婵姘、冯文骧、刘戎生、师金凤、张玉春、张令仪、林桂芳、郑利、胡士华、祝静贞。

3. 各篇编写人员 第一、二篇张义方、刘富玉,第三、五篇张令仪,第四篇任文幹,第六、七篇、附录蒋家远。

4. 统编审校 成钦炳。

5. 审核 成钦炳、任文幹、林乐、张义方、楼士志、蒋家远。

在编写过程中得到了太原磷肥厂、江西磷肥厂、上海化工研究院复肥所、南化(集团)公司磷肥厂、银山磷肥厂、山西化肥厂、开封化肥厂、云南磷化学工业(集团)公司云南磷肥厂、自贡鸿鹤化工总厂、云南省磷业公司、云南磷化学工业(集团)公司昆阳磷肥厂、上海化工研究院标准化组、化工部化肥监测中心、南化(集团)公司研究院、成都科技大学应用化学系、广东湛江化工厂、云南省化工研究院、湖南省化工研究院、中国科学院南京土壤研究所等单位领导和具体有关同志的协助,山东省莱西磷肥厂为审稿会在各方面都给予支持和方便,对以上各单位我们表示衷心的感谢!

编 者

一九九三年三月

目 录

第一篇 分析基础和基本操作

第一章 一般分析基础..... 1	第二节 滴定分析法概述..... 42
第一节 天平与称量..... 1	第三节 酸碱滴定法..... 48
第二节 实验室用水的制备及水质 检查..... 5	第四节 氧化还原滴定法..... 49
第三节 玻璃器皿及洗涤..... 8	第五节 配位滴定法..... 50
第四节 玻璃量器的使用及其校准..... 9	第六节 沉淀滴定法..... 51
第五节 溶液的浓度..... 15	第三章 仪器分析基础..... 53
第六节 标准滴定溶液的配制和标定方法..... 17	第一节 可见吸收光谱法..... 53
第七节 杂质测定用标准溶液的制备..... 27	第二节 原子吸收光谱法..... 55
第八节 缓冲溶液和指示剂的配制..... 29	第三节 火焰发射光谱法..... 58
第九节 分析误差和分析数据处理..... 31	第四节 x射线荧光光谱法..... 58
第十节 分析质量保证..... 35	第五节 电位分析及离子选择性电 极法..... 60
第十一节 气体计量仪器的校准和 使用..... 37	第六节 单扫描极谱法..... 65
第二章 化学分析基础..... 39	第七节 电导分析法..... 66
第一节 重量分析法..... 39	第八节 流动注射分析法..... 67

第二篇 原材料分析

第一章 磷精矿和磷矿石的分析..... 69	第七节 氧化钙含量的测定..... 79
第一节 试样的采取和制备..... 69	一、高锰酸钾间接滴定分析法..... 79
第二节 水分含量的测定..... 70	二、EDTA滴定分析法..... 81
一、外在水分的测定..... 70	第八节 氧化镁含量的测定..... 83
二、内在水分的测定..... 71	一、原子吸收分光光度法..... 83
三、全水分含量的测定..... 71	二、EDTA滴定分析法..... 84
第三节 试样溶液的制备..... 71	第九节 酸不溶物含量的测定..... 85
第四节 五氧化二磷含量的测定..... 72	第十节 二氧化硅含量的测定..... 86
一、磷钼酸喹啉重量法..... 72	一、盐酸脱水重量法..... 86
二、磷钼酸喹啉滴定分析法..... 73	第十一节 氟含量的测定..... 87
第五节 三氧化二铁含量的测定..... 74	一、氟离子选择性电极法..... 87
一、重铬酸钾滴定分析法..... 74	二、硝酸钍滴定分析法..... 89
二、EDTA滴定分析法..... 75	第十二节 三氧化硫含量的测定..... 91
第六节 三氧化二铝含量的测定..... 77	一、重量法..... 91
一、偏钼酸盐分离-EDTA滴定 分析法..... 77	第十三节 灼烧失量的测定..... 91
二、磷酸铝分离-EDTA滴定分析法..... 79	一、重量法..... 91
	第十四节 二氧化碳含量的测定..... 92

一、气量法.....	92	第一节 试样的采取和制备.....	131
第十五节 氧化钾含量的测定.....	96	第二节 硅含量的测定.....	131
一、火焰光度法.....	96	一、高氟酸脱水重量法.....	131
二、四苯硼钠滴定分析法.....	96	二、氟硅酸钾滴定分析法.....	132
第十六节 氧化铯含量的测定.....	98	第三节 钙和镁含量的测定.....	134
第十七节 氧化锰含量的测定.....	99	第四节 铁含量的测定.....	135
一、高碘酸钾分光光度法.....	99	第五节 铝含量的测定.....	137
二、过硫酸铵-亚铁盐滴定分析法.....	100	第六节 镍含量的测定.....	138
第十八节 镉含量的测定.....	101	第七节 灼烧失量的测定.....	139
第二章 硫酸的分析.....	103	第八节 吸附水含量的测定.....	140
第一节 试样的采取和制备.....	103	第六章 硅石的分析.....	141
第二节 硫酸含量的测定.....	103	第一节 试样的采取和制备.....	141
第三节 砷含量的测定.....	104	第二节 水分含量的测定.....	141
一、二乙基二硫代氨基甲酸银光度法 (仲裁法).....	104	第三节 二氧化硅含量的测定.....	141
二、古蔡法.....	106	一、硫酸-氢氟酸重量法.....	141
第三章 焦炭的分析.....	108	第四节 灼烧失量的测定.....	141
第一节 试样的采取和制备.....	108	第五节 铁、铝、钙、镁含量的测定.....	142
第二节 固定碳含量的测定.....	110	第七章 氨水的分析.....	143
第三节 水分含量的测定.....	110	第一节 试样的采取和制备.....	143
第四节 灰分含量的测定.....	111	第二节 氨含量的测定.....	143
第五节 挥发分含量的测定.....	111	第三节 残渣含量的测定.....	144
第六节 灰分中铁、铝、钙、镁、硅、钛含量 的测定.....	112	第四节 二氧化碳含量的测定.....	144
一、二氧化硅含量的测定.....	112	第八章 硝酸的分析.....	145
二、氧化铁含量的测定.....	113	第一节 试样的采取和制备.....	145
三、氧化铝含量的测定.....	114	第二节 硝酸含量的测定.....	145
四、氧化钙含量的测定.....	115	第三节 亚硝酸含量的测定.....	146
五、氧化镁含量的测定.....	116	第四节 硫酸含量的测定.....	147
六、氧化钛含量的测定.....	117	第五节 灼烧残渣含量的测定.....	148
第四章 白云石的分析.....	119	第九章 盐酸的分析.....	150
第一节 试样的采取和制备.....	119	第一节 试样的采取和制备.....	150
第二节 氧化钙含量的测定.....	119	第二节 氯化氢含量的测定.....	150
一、EGTA滴定分析法.....	119	第三节 铁含量的测定.....	150
第三节 氧化镁含量的测定.....	121	第十章 石灰的分析.....	152
第四节 三氧化二铁含量的测定.....	122	第一节 试样的采取和制备.....	152
一、邻二氮菲光度法.....	122	第二节 有效氧化钙含量的测定.....	152
二、原子吸收光谱法.....	124	第三节 氧化镁含量的测定.....	153
第五节 三氧化二铝含量的测定.....	126	第十一章 工业盐的分析.....	155
一、EDTA滴定分析法.....	126	第一节 试样的采取和制备.....	155
二、铬天青S光度法.....	127	第二节 水分含量的测定.....	155
第六节 灼烧失量的测定.....	129	一、烘干失重法.....	155
第五章 蛇纹石的分析.....	131	二、灼烧法.....	156
		第三节 水不溶物含量的测定.....	156
		第四节 氟离子含量的测定.....	157

一、银量法	157
二、汞量法	158
第五节 钙离子含量的测定	159
第六节 镁离子含量的测定	160
第七节 硫酸根含量的测定	161
一、重量法	161
二、EDTA滴定分析法	161
第八节 氯化钠含量的计算和检验结果的检查	162
第十二章 氯化钾的分析	164
第一节 试样的采取和制备	164
第二节 钾含量的测定	164
一、四苯硼酸钾重量法	164

第三节 氯含量的测定	165
一、汞量法(仲裁法)	165
二、银量法	167
第四节 水分含量的测定	168
第十三章 硫酸钾的分析	170
第一节 试样的采取和制备	170
第二节 氧化钾含量的测定	170
一、四苯硼酸钾重量法	170
第三节 氯含量的测定	172
一、汞量法	172
第四节 水分含量的测定	173
一、重量法	173
第五节 游离酸度的测定	174

第三篇 成品分析

第一章 过磷酸钙成品分析	175
第一节 检验规则	175
第二节 有效五氧化二磷含量的测定	177
一、磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)	177
二、磷钼酸喹啉滴定分析法	179
第三节 游离酸含量的测定	180
第四节 水分含量的测定	181
第五节 标志、包装、运输和贮存	181
第二章 钙镁磷肥成品分析	182
第一节 检验规则	182
第二节 有效五氧化二磷含量的测定	182
第三节 水分含量的测定	184
第四节 碱分含量的测定	184
第五节 可溶性硅含量的测定	185
第六节 有效镁含量的测定	187
第七节 细度的测定	188
第八节 有效氧化钾含量的测定	189
一、四苯硼钠重量法(仲裁法)	189
二、四苯硼钠季胺盐滴定分析法	190
第九节 包装、标志、贮存和运输	191
第三章 磷酸铵成品分析	192
第一节 检验规则	192
第二节 磷酸一铵成品分析粒状和粉状	193
一、有效五氧化二磷含量的测定	
(传统法)	193
(一) 磷钼酸喹啉重量法	
(仲裁法)	193
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法	194

(三) 钒钼酸铵分光光度法	195
二、有效五氧化二磷含量的测定	
(料浆法)	197
(一) 磷钼酸喹啉重量法	
(仲裁法)	197
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法	198
(三) 钒钼酸铵分光光度法	198
三、水溶性磷含量的测定	198
(一) 磷钼酸喹啉重量法	
(仲裁法)	198
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法	199
(三) 钒钼酸铵分光光度法	199
四、总氮含量的测定	199
五、水分含量的测定	202
(一) 真空烘箱法	202
(二) 卡尔·费休法	202
六、粒度的测定	204
七、颗粒平均抗压强度的测定	204
第三节 磷酸二铵成品分析	204
一、有效五氧化二磷含量的测定	204
二、水溶性磷含量的测定	204
三、总氮含量的测定	204
四、总养分(有效磷+总氮)含量的测定	205
五、水分含量的测定	205
六、粒度的测定	205
七、颗粒平均抗压强度的测定	205
第四节 标志、包装、运输和贮存	205

第四章 磷酸磷肥成品分析	206
第一节 检验规则.....	206
第二节 有效五氧化二磷含量的测定.....	207
一、磷钼酸喹啉重量法.....	207
第三节 水溶性五氧化二磷占有有效五氧化二磷的百分数.....	208
第四节 总氮含量的测定.....	208
第五节 游离水含量的测定.....	210
一、卡尔·费休法.....	210
二、烘烤法.....	210
第六节 粒度的测定.....	211
第七节 颗粒平均抗压强度的测定.....	211
第八节 标志、包装、运输和贮存.....	211
第五章 重过磷酸钙成品分析	212
第一节 检验规则.....	212
第二节 总五氧化二磷含量的测定.....	213
第三节 有效五氧化二磷含量的测定.....	214
第四节 游离酸含量的测定.....	215
第五节 游离水含量的测定.....	216
第六节 粒度的测定.....	216
第七节 颗粒平均抗压强度的测定.....	217
第八节 标志、包装、运输和贮存.....	217
第六章 饲料磷酸氢钙成品分析	218
第一节 检验规则.....	218
第二节 磷含量的测定.....	218
第三节 钙含量的测定.....	219
第四节 砷含量的测定.....	220
第五节 重金属含量的测定.....	221
第六节 氟化物含量的测定.....	221

第七节 细度的测定.....	223
第八节 磷酸氢钙肥料的分析.....	223
一、检验规则.....	223
二、有效五氧化二磷含量的测定.....	223
三、游离水含量的测定.....	224
四、pH值的测定.....	225
第九节 标志、包装、运输和贮存.....	225
第七章 黄磷成品分析	226
第一节 检验规则.....	226
第二节 磷和不溶物含量的测定.....	227
一、二硫化碳不溶物的测定.....	227
二、黄磷含量的测定(在二硫化碳中).....	228
三、苯不溶物的测定.....	228
四、黄磷含量的测定(在苯中).....	229
第三节 砷含量的测定.....	229
第八章 热法工业磷酸分析	232
第一节 检验规则.....	232
第二节 色度的测定.....	232
第三节 磷酸含量的测定.....	233
一、磷钼酸喹啉重量法.....	233
二、磷钼酸喹啉滴定分析法.....	234
第四节 氯化物含量的测定.....	234
第五节 硫酸盐含量的测定.....	235
第六节 铁含量的测定.....	235
第七节 砷含量的测定.....	236
一、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法.....	236
二、砷斑法.....	237
第八节 重金属含量的测定.....	238

第四篇 生产控制分析

第一章 过磷酸钙生产控制分析	241
第一节 主要控制分析项目.....	241
第二节 磷矿粉的分析.....	241
一、五氧化二磷含量的测定.....	241
(一) 磷钼酸喹啉重量法.....	241
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法.....	242
二、细度的测定.....	243
三、水分含量的测定.....	243
四、氧化钙和氧化镁含量的测定.....	244
五、三氧化二铁含量的测定.....	244
六、三氧化二铝含量的测定.....	244
七、二氧化碳含量的测定.....	244

八、三氧化硫含量的测定.....	244
九、氟含量的测定.....	244
第三节 磷矿浆的分析.....	244
一、五氧化二磷含量的测定.....	244
(一) 磷钼酸喹啉重量法.....	244
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法.....	244
二、细度的测定.....	244
三、水分含量的测定.....	245
四、氧化钙和氧化镁含量的测定.....	245
五、三氧化二铁含量的测定.....	245
六、三氧化二铝含量的测定.....	245
七、二氧化碳含量的测定.....	245

八、三氧化硫含量的测定	246	二、水分含量的测定	256
九、氟含量的测定	246	三、灰分含量的测定	256
第四节 硫酸中硫酸含量的测定	246	四、挥发分含量的测定	256
(一) 相对密度法	246	第四节 白云石的分析	256
(二) 中和滴定分析法	247	一、氧化钙含量的测定	256
第五节 料浆硫磷比的测定	247	二、氧化镁含量的测定	256
第六节 新钙游离酸含量的测定	248	三、三氧化二铁含量的测定	256
第七节 氟硅酸含量的测定	249	四、三氧化二铝含量的测定	256
第八节 新鲜过磷酸钙的全分析	249	五、灼烧失量的测定	256
一、全五氧化二磷含量的测定	249	第五节 蛇纹石的分析	256
二、有效五氧化二磷含量的测定	250	一、硅含量的测定	256
(一) 碱性柠檬酸铵提取法	250	二、钙和镁含量的测定	256
(二) 中性柠檬酸铵萃取法	250	三、铁含量的测定	256
(三) 草酸铵一步提取法	250	四、铝含量的测定	256
三、游离酸含量的测定	251	五、镍含量的测定	256
四、水分含量的测定	251	六、灼烧失量的测定	256
五、硫酸根离子含量的测定	252	第六节 硅石的分析	257
(一) 硫酸钡重量法	252	一、二氧化硅含量的测定	257
(二) 铬酸钡滴定分析法	252	二、灼烧失量的测定	257
六、转化率的计算	254	三、铁、铝、钙、镁含量的测定	257
第九节 过磷酸钙半成品的分析	254	第七节 钾长石的分析	257
一、全五氧化二磷含量的测定	254	一、二氧化硅含量的测定	257
二、有效五氧化二磷含量的测定	254	二、三氧化二铁含量的测定	257
三、游离酸含量的测定	254	三、三氧化二铝含量的测定	257
四、水分含量的测定	254	四、灼烧失量的测定	257
五、转化率的计算	254	五、氧化钙和氧化镁含量的测定	257
第二章 钙镁磷肥生产控制分析	255	六、氧化钾含量的测定	257
第一节 主要控制分析项目	255	(一) 四苯硼钠-季胺盐滴定分	
第二节 磷矿石的分析	255	析法	257
一、五氧化二磷含量的测定	255	第八节 钙镁磷肥粗肥的分析	259
二、三氧化二铁含量的测定	255	一、全五氧化二磷含量的测定	259
三、三氧化二铝含量的测定	255	二、有效五氧化二磷含量的测定	260
四、氧化钙含量的测定	255	三、二氧化硅含量的测定	261
五、氧化镁含量的测定	255	(一) 氟硅酸钾滴定分析法	261
六、酸不溶物含量的测定	255	(二) 钼蓝比色法	262
七、二氧化硅含量的测定	256	四、氧化钙、氧化镁含量的测定	263
八、氟含量的测定	256	(一) EDTA直接滴定分析法	263
九、三氧化硫含量的测定	256	(二) EGTA-CyDTA配位滴定	
十、灼烧失量的测定	256	分析法	265
十一、二氧化碳含量的测定	256	五、三氧化二铝含量的测定	267
十二、水分含量的测定	256	(一) 磷酸铝—EDTA配位滴定	
第三节 焦炭的分析	256	分析法	267
一、固定炭含量的测定	256	六、氧化亚铁含量的测定	269

七、有效氧化钾含量的测定	271	(二) EDTA 滴定分析法	285
第三章 传统法磷铵生产控制分析	272	(三) 原子吸收分光光度法(二)	286
第一节 主要控制分析项目	272	(四) 8-羟基喹啉重量法或滴定	
第二节 磷矿粉的分析	273	分析法	287
一、磷矿粉试样的采集及制备	273	十二、二氧化硅含量的测定	289
二、水分含量的测定	273	十三、三氧化硫含量的测定	289
三、细度的测定	274	(一) 重量法	289
(一) 干筛法	274	(二) 分光光度浊度法	289
(二) 湿筛法	275	十四、灼烧失量的测定	291
四、五氧化二磷含量的测定	275	十五、二氧化碳含量的测定	291
(一) 试样溶液的制备	275	十六、氧化钾含量的测定	291
(二) 磷钼酸喹啉重量法	275	(一) 火焰光度法(一)	291
(三) 磷钼酸喹啉滴定分析法	275	(二) 四苯硼钠滴定分析法	291
(四) 钒钼酸铵分光光度法	275	(三) 火焰光度法(二)	291
(五) 连续流动自动分析——比		十七、氧化钠含量的测定	292
色法	275	(一) 火焰光度法	292
五、氧化钙含量的测定	277	十八、砷含量的测定	293
(一) 高锰酸钾间接滴定分		(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银	
析法(一)	277	分光光度法	293
(二) 高锰酸钾间接滴定分		十九、有机物含量的测定	295
析法(二)	278	(一) 重铬酸钾滴定分析法	295
(三) EDTA 滴定分析法	278	二十、氧化锰含量的测定	296
六、酸不溶物的测定	278	(一) 高碘酸钾分光光度法	296
(一) 重量法(一)	278	(二) 过硫酸铵-亚铁盐滴定分	
(二) 重量法(二)	279	析法	296
七、氟含量的测定	279	(三) 高锰酸钾滴定分析法	296
(一) 氟离子选择性电极法	279	二十一、锯含量的测定	297
(二) 硝酸钍滴定分析法	279	第三节 磷矿浆的分析	298
八、氯含量的测定	279	一、水分和矿浆浓度的测定	298
(一) 自动电位滴定分析法	279	二、矿浆中矿粉细度的测定	299
(二) 分光光度法(比浊法)	282	第四节 工业硫酸的分析	299
九、三氧化二铁含量的测定	283	一、相对密度的测定	299
(一) 邻菲罗啉分光光度法	283	二、硫酸含量的测定	300
(二) 重铬酸钾滴定分析法	284	(一) 酸碱滴定分析法	300
(三) EDTA 滴定分析法	284	第五节 萃取料浆的分析	300
十、三氧化二铝含量的测定	284	一、取样方法	300
(一) 偏铝酸盐分离-EDTA 滴定		二、温度的测定	300
分析法	284	三、相对密度的测定	300
(二) 磷酸铝分离-EDTA 滴定		四、液固比的测定	301
分析法	284	(一) 称量图解法	301
(三) 连续滴定 EDTA 滴定分		(二) 烘烤称量法	302
析法	285	第六节 萃取磷酸的分析	302
十一、氧化镁含量的测定	285	一、试样的制备	302
(一) 原子吸收分光光度法(一)	285	二、相对密度的测定	302

(一) 密度计法.....	302	(二) 电导率的连续自动监测.....	313
(二) 称量法.....	304	三、pH值的测定	314
三、五氧化二磷含量的测定.....	304	(一) 间断、定期pH值的测定	314
(一) 试液的制备.....	304	(二) pH值的连续自动监测	315
(二) 磷钼酸喹啉重量法.....	305	第十一节 萃取尾气吸收液的分析.....	315
(三) 磷钼酸喹啉滴定分析法.....	305	一、氟硅酸含量的测定.....	315
(四) 钼钼酸铵分光光度法.....	305	二、五氧化二磷含量的测定.....	316
(五) 连续流动自动分析——比色法.....	305	三、氟含量的测定.....	316
四、氟含量的测定.....	305	(一) 氟离子选择性电极法.....	316
(一) 氟离子选择性电极法.....	305	第十二节 浓缩氟吸收塔循环吸收液的分析.....	316
(二) 硝酸钍滴定分析法.....	305	一、氟硅酸含量的测定.....	316
四、氯含量的测定.....	305	二、五氧化二磷含量的测定.....	316
(一) 自动电位滴定分析法.....	305	三、氟含量的测定.....	316
(二) 分光光度法(比浊法).....	306	第十三节 磷酸全分析.....	316
六、三氧化硫含量的测定.....	306	一、试样的制备.....	316
(一) 热滴定快速分析法.....	306	二、相对密度的测定.....	317
第七节 滤液和洗液的分析.....	308	(一) 密度计法.....	317
一、取样方法.....	308	(二) 称量法.....	317
二、相对密度的测定.....	308	三、五氧化二磷含量的测定.....	317
(一) 密度计法.....	308	四、氟含量的测定.....	317
(二) 称量法.....	308	五、氯含量的测定.....	317
第八节 磷石膏的分析.....	308	六、三氧化二铁含量的测定.....	317
一、取样方法.....	308	(一) 邻菲罗啉分光光度法.....	317
二、游离水含量的测定.....	309	(二) 重铬酸钾滴定分析法.....	317
三、结晶水含量的测定.....	309	七、三氧化二铝含量的测定.....	318
四、石膏值的计算.....	310	(一) 重量法.....	318
五、水溶性五氧化二磷含量的测定与洗涤率的计算.....	310	八、游离水含量的测定.....	319
六、非水溶性五氧化二磷含量的测定与转化率(萃取率)的计算.....	311	(一) 卡尔·费休法	319
第九节 浓缩磷酸的分析.....	312	九、二氧化硅含量的测定.....	319
一、取样方法.....	312	(一) 重量法.....	319
二、相对密度的测定.....	312	十、氧化镁含量的测定.....	319
(一) 密度计法.....	312	(一) 原子吸收分光光度法.....	319
(二) 称量法.....	312	(二) 8-羟基喹啉滴定分析法或重量法.....	320
三、五氧化二磷含量的测定.....	313	十一、总悬浮物含量的测定.....	321
四、氟含量的测定.....	313	(一) 重量法(一).....	321
五、氯含量的测定.....	313	(二) 重量法(二).....	322
第十节 石墨热交换器蒸汽冷凝水的分析.....	313	(三) 重量法(三).....	322
一、五氧化二磷的定性试验.....	313	十二、氧化钙含量的测定.....	322
二、电导率的测定.....	313	(一) 高锰酸钾间接滴定分析法.....	322
(一) 间断定期电导率的测定.....	313	十三、三氧化硫含量的测定.....	322
		(一) 热滴定快速分析法.....	322
		(二) 重量法.....	323

(三) 分光光度法	324
十四、氧化钾含量的测定	324
(一) 火焰光度法	324
十五、氧化钠含量的测定	325
(一) 火焰光度法	325
十六、氧化锰含量的测定	325
(一) 高锰酸钾滴定分析法	325
第十四节 磷石膏全分析	326
一、取样方法和样品的制备	326
二、游离水含量的测定	326
三、结晶水含量的测定	326
四、水溶性五氧化二磷含量的测定	326
五、非水溶性五氧化二磷含量的测定	326
六、酸不溶物含量的测定	326
七、灼烧失量的测定	326
八、氟含量的测定	326
(一) 氟离子选择性电极法	326
九、三氧化二铝含量的测定	327
(一) 重量法	327
十、三氧化二铁含量的测定	327
(一) 邻菲罗啉分光光度法	327
(二) 重铬酸钾滴定分析法	327
十一、二氧化硅含量的测定	327
(一) 盐酸脱水重量分析法	327
十二、三氧化硫含量的测定	327
(一) 重量法	327
十三、氧化钙含量的测定	328
(一) 高锰酸钾间接滴定分析法	328
(二) EDTA滴定分析法	328
十四、氧化锰含量的测定	328
(一) 高锰酸钾滴定分析法	328
十五、砷含量的测定	328
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	328
第十五节 磷铵中和料浆的分析	328
一、取样方法	328
二、相对密度的测定	328
(一) 重量法	328
三、中和度的测定	328
(一) 酸碱滴定分析法(用指示剂变色指示滴定终点)	329
(二) 酸碱滴定分析法(用pH值指示滴定终点)	330

四、总五氧化二磷含量的测定	331
五、有效五氧化二磷含量的测定	331
六、氮含量的测定	331
(一) 蒸馏后滴定分析法	331
第十六节 造粒干燥系统尾气吸收液的分析	332
一、取样方法	332
二、相对密度的测定	332
三、中和度的测定	332
四、总五氧化二磷含量的测定	333
五、有效五氧化二磷含量的测定	333
六、氮含量的测定	333
第十七节 除沫循环槽水洗液(磷铵尾气吸收液)的分析	333
一、取样方法	333
二、相对密度的测定	333
三、中和度的测定	333
四、总五氧化二磷含量的测定	333
五、有效五氧化二磷含量的测定	333
六、氮含量的测定	333
第十八节 转鼓物料的分析	333
一、中和度的测定	333
第十九节 干燥窑出口物料的分析	334
一、粒度的测定	334
二、水分含量的测定	334
第二十节 磷酸铵料浆、地下槽吸收液、磷铵成品全分析	335
一、取样方法和试样的制备	335
二、中和度的测定	335
三、相对密度的测定	335
四、五氧化二磷含量的测定	336
(一) 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)	336
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法	336
(三) 钒钼酸铵分光光度法	336
(四) 连续流动自动分析——比色法	336
五、氮含量的测定	336
六、水分含量的测定	336
七、粒度的测定	336
八、颗粒平均抗压强度的测定	336
九、氧化钾含量的测定	336
十、水溶性砷含量的测定	336
十一、氟含量的测定	338

(一) 氟离子选择性电极法	338
十二、氯含量的测定	338
(一) 自动电位滴定分析法	338
(二) 分光光度法	338
十三、三氧化二铝含量的测定	338
(一) 重量法	338
十四、三氧化二铁含量的测定	338
(一) 邻菲罗啉分光光度法	338
(二) 重铬酸钾滴定分析法	338
十五、氧化镁含量的测定	339
(一) 原子吸收分光光度法	339
(二) 8-羟基喹啉滴定分析法或重量法	339
十六、二氧化硅含量的测定	339
(一) 盐酸脱水重量法	339
(二) 重量法	339
十七、氧化钙含量的测定	339
(一) 高锰酸钾间接滴定分析法	339
十八、三氧化硫含量的测定	339
(一) 重量法	339
(二) 分光光度法	339
十九、氧化锰含量的测定	339
(一) 高锰酸钾滴定分析法	339
二十、砷含量的测定	339
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	339
第二十一节 磷铵生产的气体分析	340
第二十二节 工艺用水的分析	341
一、氯离子含量的测定	341
(一) 硝酸银滴定分析法	341
(二) 硝酸汞滴定分析法	343
二、总硬度的测定	344
第二十三节 硼砂的分析	346
第二十四节 包膜材料——硅藻土的分析	347
一、水分含量的测定	347
二、细度的测定	347
第二十五节 成品分析	347
一、取样方法	348
二、五氧化二磷含量的测定	349
三、氮含量的测定	349
四、水分含量的测定	349
五、粒度的测定	349
六、颗粒平均抗压强度的测定	349

七、水溶性硼含量的测定	349
八、磷酸铵成品包装质量的自检和抽检	349
第四章 料浆法磷铵生产控制分析	351
第一节 主要控制分析项目	351
第二节 磷矿粉的分析	351
一、试样的采集及制备	351
二、水分含量的测定	351
三、细度的测定	351
四、五氧化二磷含量的测定	352
(一) 磷钼酸喹啉重量法	352
(二) 磷钼酸喹啉滴定分析法	352
五、三氧化二铁含量的测定	352
(一) 重铬酸钾滴定分析法	352
(二) EDTA滴定分析法	352
六、三氧化二铝含量的测定	352
(一) 偏钼酸盐分离-EDTA滴定分析法	352
(二) 磷酸铝分离-EDTA滴定分析法	352
七、氧化钙含量的测定	352
(一) 高锰酸钾间接滴定分析法	352
(二) 氧化钙、氧化镁含量的测定	352
八、氧化镁含量的测定	353
(一) 原子吸收分光光度法	353
(二) EDTA滴定分析法	353
九、二氧化碳含量的测定	353
十、氟含量的测定	354
(一) 氟离子选择性电极法	354
(二) 硝酸钍滴定分析法	354
十一、酸不溶物含量的测定	354
十二、氯含量的测定	354
十三、二氧化硅含量的测定	354
十四、三氧化硫含量的测定	354
十五、灼烧失量的测定	354
十六、氧化钾含量的测定	354
十七、氧化钠含量的测定	354
十八、砷含量的测定	354
十九、有机物含量的测定	354
二十、氧化锰含量的测定	354
二十一、镉含量的测定	354
第三节 磷矿浆的分析	354
一、水分含量的测定	354

二、矿浆中矿粉细度的测定	355
(一) 湿法	355
(二) 干法	355
三、五氧化二磷含量的测定	355
(一) 磷钼酸喹啉重量法	355
第四节 硫酸的分析	355
一、硫酸含量的测定	355
二、相对密度的测定	355
第五节 萃取料浆的分析	355
一、液相三氧化硫含量的测定	355
(一) 玫瑰红酸钡法	355
(二) 硫酸钡称量法	357
二、液相相对密度的测定	358
(一) 密度计法	358
三、液固比的测定	358
第六节 磷石膏的分析	359
一、水溶性五氧化二磷含量的测定 和洗涤率的计算	359
二、非水溶性五氧化二磷含量的测定和 萃取率(转化率)的计算	360
三、游离水含量的测定	361
四、结晶水含量的测定	361
第七节 磷酸的分析	361
一、五氧化二磷含量的测定	361
(一) 磷钼酸喹啉重量法	361
(二) 流动注射-分光光度法	362
二、氟含量的测定	363
(一) 氟离子选择性电极法	363
三、氯含量的测定	364
第八节 磷铵料浆的分析	364
一、中和度的测定	364
二、pH值的测定	364
三、相对密度的测定	365
四、水分含量的测定	365
第九节 磷铵物料(成品)的分析	365
一、样品的制备	365
二、pH值的测定	366
三、氮含量的测定	366
(一) 蒸馏后滴定法	366
四、有效五氧化二磷含量的测定	367
(一) 磷钼酸喹啉重量法	367
五、水分含量的测定	368
六、粒度的测定	368
七、颗粒平均抗压强度的测定	368

第五章 冷冻法硝酸磷肥生产控制分析 369

第一节 主要控制分析项目 369

第二节 磷矿粉的分析 369

一、水分含量的测定 369

二、细度的测定 370

三、五氧化二磷含量的测定 370

(一) 磷钼酸喹啉重量法 370

(二) 钒钼酸铵分光光度法 370

四、氧化镁含量的测定 371

五、二氧化硅含量的测定 371

第三节 硝酸中硝酸含量的测定 371

第四节 酸解液的分析——酸解比的

测定 371

第五节 冷冻母液的分析 372

一、硝态氮含量的测定 372

二、五氧化二磷含量的测定 373

(一) 磷钼酸喹啉重量法 373

(二) 钒钼酸铵分光光度法 374

三、氧化钙含量的测定 374

(一) EGTA滴定分析法 374

(二) 高锰酸钾滴定分析法 375

第六节 中和料浆的分析 375

一、五氧化二磷含量的测定 375

(一) 磷钼酸喹啉重量法 375

(二) 钒钼酸铵分光光度法 376

二、氨态氮含量的测定 376

三、总氮含量的测定 376

四、水分含量的测定 377

五、氧化钙含量的测定 377

(一) EGTA滴定分析法 377

(二) 高锰酸钾滴定分析法 377

第七节 硝酸钙的分析 377

一、氧化钙含量的测定 377

(一) EGTA滴定分析法 377

(二) 高锰酸钾滴定分析法 377

二、五氧化二磷含量和游离酸含量

的测定 378

第八节 两铵液的分析 378

一、游离氨含量的测定 378

二、二氧化碳含量的测定 379

第九节 转化液中游离二氧化碳含量

的测定 380

第十节 碳酸钙滤饼的分析 380

一、五氧化二磷含量的测定 380

二、总氮含量的测定	380	二、水溶性五氧化二磷含量的测定	394
三、水分含量的测定	381	三、总五氧化二磷含量的测定	395
第十一节 洗涤液中硝酸含量的测定	381	四、洗涤率的测定	395
第六章 混酸法硝酸磷肥生产控制分析	382	五、三氧化二铁含量的测定	396
第一节 主要控制分析项目	382	六、三氧化二铝含量的测定	369
第二节 磷矿粉的分析	383	第十节 中和料浆的分析	397
一、水分含量的测定	383	一、总五氧化二磷含量的测定	397
二、细度的测定	383	二、铵态氮含量的测定	397
三、五氧化二磷含量的测定	383	三、总氮含量的测定	397
四、氧化镁含量的测定	383	四、水分含量的测定	397
五、二氧化硅含量的测定	383	(一) 填料烘烤法	397
六、氧化钙含量的测定	383	五、pH值的测定	398
七、三氧化二铁含量的测定	383	六、水溶性五氧化二磷含量的测定	398
八、三氧化二铝含量的测定	383	七、有效五氧化二磷含量的测定	398
九、酸不溶物含量的测定	383	八、氧化钙含量的测定	399
十、氟含量的测定	384	九、氧化镁含量的测定	400
十一、灼烧失量的测定	384	第十一节 蒸发分离器液封槽料浆水分的测定	400
第三节 硝酸中硝酸含量的测定	384	第十二节 硝酸磷肥成品的分析	400
第四节 硫酸中硫酸含量的测定	384	一、水分含量的测定	400
第五节 硫酸钾的分析	385	二、粒度的测定	400
一、水分含量的测定	385	三、总氮含量的测定	400
二、氧化钾含量的测定	385	四、有效五氧化二磷含量的测定	400
三、三氧化硫含量的测定	386	五、水溶性五氧化二磷含量的测定	400
第六节 硫酸铵母液中硫酸铵含量的测定	387	六、颗粒平均抗压强度的测定	401
第七节 酸解液的分析	387	七、三氧化硫含量的测定	401
一、总五氧化二磷含量的测定	387	八、氧化钙含量的测定	401
(一) 磷钼酸喹啉重量法	387	九、氧化镁含量的测定	401
(二) 磷钼酸铵滴定分析法	388	十、氟含量的测定	401
二、水溶性五氧化二磷含量的测定	389	(一) 标准加入法	401
(一) 磷钼酸喹啉重量法	389	十一、铵态氮含量的测定	402
(二) 磷钼酸铵滴定分析法	389	十二、硝态氮含量的测定	402
三、分解率的测定	390	第七章 重过磷酸钙生产控制分析	403
四、铵态氮含量的测定	390	第一节 主要控制分析项目	403
五、总氮含量的测定	391	第二节 磷矿粉的分析	403
六、硝态氮含量的测定	391	一、水分含量的测定	403
第八节 结晶槽料浆的分析	392	二、细度的测定	404
一、液固比的测定	392	三、五氧化二磷含量的测定	404
二、三氧化硫含量的测定	392	四、三氧化二铁含量的测定	404
(一) 离心沉降法	392	五、三氧化二铝含量的测定	405
(二) 硫酸钡重量法	393	六、氧化钙含量的测定	406
三、水溶性五氧化二磷含量的测定	394	七、氧化镁含量的测定	407
第九节 磷石膏的分析	394	八、二氧化碳含量的测定	407
一、含液量的测定	394	九、氟含量的测定	407