



中华人民共和国国家标准

GB/T 10513—2012
代替 GB/T 10513—1989

硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法

Determination of free water for nitrophosphate—Karl fischer method

2012-12-31 发布

2013-06-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是硝酸磷肥、硝酸磷钾肥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 10511—2008《硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 10512—2008《硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》;
- GB/T 10514—2012《硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法》;
- GB/T 10515—2012《硝酸磷肥粒度的测定》;
- GB/T 10516—2012《硝酸磷肥颗粒平均抗压碎力的测定》。

本标准代替 GB/T 10513—1989《硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法》。

本版与前版的主要差异是:

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法均执行 HG/T 2843 标准;
- 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。

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归口。

本标准起草单位:天脊煤化工集团有限公司、国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人:张家宏、王寅、李永平、郭炼红、杨一。

本标准于 1989 年首次发布。

硝酸磷肥中游离水含量的测定

卡尔·费休法

1 范围

本标准规定用卡尔·费休法测定硝酸磷肥、硝酸磷钾肥中的游离水含量。
本标准适用于各种工艺生产的硝酸磷肥、硝酸磷钾肥中游离水含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有修改单)适用于本文件。

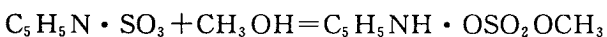
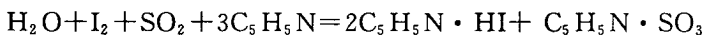
GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(GB/T 6283—2008, ISO 760:1978, NEQ)

GB/T 10511—2008 硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

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

试样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:



4 试剂

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,如有不适应立即就医。

本标准中所用试剂、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 甲醇:水含量 $\leq 0.05\%$,如水含量 $> 0.05\%$,向 500 mL 甲醇中加入 5 A 分子筛约 50 g,塞上瓶塞,放置过夜,吸取上层清液使用;

4.2 二氧六环:经脱水处理,方法同 4.1;

4.3 无水乙醇:经脱水处理,方法同 4.1;

4.4 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。

4.5 5 A 分子筛:直径 3 mm~5 mm 颗粒,用作干燥剂。使用前于 500 °C 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。

5 仪器

5.1 通常实验室用仪器;

- 5.2 卡尔·费休直接电量滴定仪器,按 GB/T 6283 配备,或与之性能相当的卡尔·费休仪器;
- 5.3 离心机,医用,(0~4 000)r/min;
- 5.4 注射器,5 mL 和 50 mL。

6 分析步骤

6.1 卡尔·费休试剂的标定

按 GB/T 6283 规定步骤,用水进行标定。

6.2 测定

试样的制备见 GB/T 10511—2008 中的 6.1。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(除仲裁应使用外,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,加 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·费休试剂一样,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 萃取液,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(V₁)。

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。

6.3 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(V₂),进行平行测定。

7 分析结果的表述

7.1 分析结果的计算

游离水含量 w,以水(H₂O)的质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

- V₁——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);
- V₂——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——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。

7.2 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10%。

中华人民共和国
国家标准
硝酸磷肥中游离水含量的测定
卡尔·费休法
GB/T 10513—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

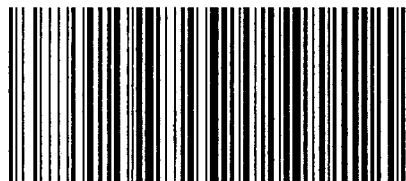
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46618 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)68510107



GB/T 10513—2012