

前 言

本标准是对原专业标准 ZB G20 009—1987《进口化肥检验方法 游离酸的测定方法》的修订。

本标准与原标准比较,无技术路线改变。仅对正文内容中部分重复章节进行合并,增加了精密度实验,完善了标准结构,扩大了标准的适用范围,同时适用于进出口化肥游离酸含量的测定。

本标准自实施之日起代替 ZB G20 009—1987。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:费淑文、张子山、刘宝忠、王淑慧。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口化肥检验方法 游离酸的测定

SN/T 0736.10—1999

代替 ZB G20 009—1987

Chemical analysis of fertilizers for import and export
—Determination of free acid content

1 范围

本标准规定了进出口化肥的游离酸含量的测定方法。

本标准适用于硫酸铵、硝酸铵、硫酸钾、氯化铵、三料过磷酸钙等。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样和制样

3 试剂

本标准除特殊规定外,均使用分析纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格。

3.1 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$]: 配制及标定按 GB/T 601—1988 的 4.1。

3.2 柠檬酸标准溶液: 准确称取 5.252 5 g 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 溶于水, 并定容至 250 mL。

3.3 磷酸氢二钠标准溶液: 准确称取 8.954 g 磷酸氢二钠 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 溶于水, 并定容至 250 mL。

3.4 缓冲溶液 (pH=4.5): 准确加入 21.57 mL 柠檬酸标准溶液和 28.43 mL 磷酸氢二钠标准溶液于 100 mL 烧杯内, 混匀, 加入 0.5 mL 溴甲酚绿指示剂。

3.5 酚酞指示液 (10 g/L): 配制方法按 GB/T 603—1988 的 4.5.22。

3.6 甲基红指示液 (1 g/L): 配制方法按 GB/T 603—1988 的 4.5.6。

3.7 溴甲酚绿指示液 (1 g/L): 配制方法按 GB/T 603—1988 的 4.5.28。

4 取样和试样的制备

按 SN/T 0736.1 进行。

5 分析步骤

5.1 游离酸(包括硫酸、硝酸和盐酸)——碱量法

5.1.1 方法概要

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 1999-12-30 批准

2000-05-01 实施

试样中游离酸以甲基红为指示剂,用标准碱液滴定至溶液由红变黄(pH 约为 6.2)即为终点,从所耗碱液用量计算游离酸的含量。

5.1.2 试液制备

称取约 25 g 试样,精确至 0.01 g,溶解于水中,移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至标线,充分摇匀,如试液呈浑浊或含有不溶物,干滤。

5.1.3 滴定

准确吸取 100 mL 溶液或滤液(5.1.2)放入 250 mL 锥形瓶中,加 3 滴甲基红指示剂,逐滴加入氢氧化钠标准溶液(3.1)直至溶液呈黄色为止。

注:甲基红指示剂加入后,如无红色出现,证明试样属于中性或者酸性很小,这时可增加试样用量再进行试验。

5.1.4 空白试验

与试样同时进行空白试验。

5.2 游离磷酸——碱量法

5.2.1 方法概要

磷肥在水溶液中析出的游离磷酸,以溴甲酚绿作指示剂,用标准碱液中和,当溶液的 pH 值达到 4.5 时,从所用碱标准溶液的量,计算游离磷酸含量。

5.2.2 试液制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 500 mL 容量瓶中,加入 400 mL 水,振摇 0.5 h,然后用水稀释至标线,混匀,干滤。

5.2.3 滴定

准确吸取 100 mL 上述滤液(5.2.2)于 250 mL 烧杯内,加入 50 mL 水和 0.5 mL 溴甲酚绿指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定,直至试样溶液颜色与缓冲溶液颜色一致,或用 pH 计指示滴定至 pH 值为 4.5。

5.2.4 空白试验

按 5.1.4 进行。

6 分析结果的表述

游离酸的百分含量按式(1)、(2)、(3)、(4)计算:

$$\text{游离硫酸}(\text{H}_2\text{SO}_4\%) = \frac{Vc \times 0.04904}{m} \times 100 \quad \dots\dots(1)$$

$$\text{游离硝酸}(\text{HNO}_3\%) = \frac{Vc \times 0.06302}{m} \times 100 \quad \dots\dots(2)$$

$$\text{游离盐酸}(\text{HCl}\%) = \frac{Vc \times 0.03647}{m} \times 100 \quad \dots\dots(3)$$

$$\text{游离磷酸}(\text{P}_2\text{O}_5\%) = \frac{Vc \times 0.07098}{m} \times 100 \quad \dots\dots(4)$$

式中: V ——滴定所耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

0.04904——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸 (H_2SO_4) 的质量;

0.06302——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硝酸 (HNO_3) 的质量;

0.03647——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的盐酸 (HCl) 的质量;

0.07098——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的五氧

化二磷($\frac{1}{2}\text{P}_2\text{O}_5$)质量;
 m ——滴定时的试样质量, g。

7 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性(95%置信概率)。

7.1 重复性 r

同一操作者,同一样品重复测定两个结果的允许差为重复性 r 。小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值。大于或等于允许差,测定精密度不合格,要查明原因,重做试验。

7.2 再现性 R

同一样品,两个实验室各重复测定两次,得到平均值 \bar{Y}_1 与 \bar{Y}_2 ,比较其允许差为 $\sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}$ 。小于允许差,测定精密度合格,取 \bar{Y}_1 与 \bar{Y}_2 的平均值为最终值,大于或等于允许差,测定精密度不合格,查明原因,重作试验。

7.3 化肥中游离酸的测定结果重复性和再现性

化肥中游离酸的测定结果重复性和再现性见表 1。

表 1 化肥中游离酸的测定结果的重复性和再现性

%

化肥名称	重复性 r	再现性 R
硫酸铵	0.003	0.006
三料过磷酸钙	0.06	0.51