

ICS 65.080
G 21



中华人民共和国国家标准

GB 20412—2006

钙 镁 磷 肥

Calcium magnesium phosphate

2006-03-14 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准第3章(除碱分、可溶性硅和有效镁的指标外)、第5章、第6章和第7章中7.1为强制性条款,其余为推荐性条款。

本标准在HG 2557—1994《钙镁磷肥》的基础上制定。

本标准与HG 2557—1994的主要差异是:对有效磷、有效镁含量以及可溶性硅含量测定的试样溶液制备由准确加入提取溶液经提取完毕后直接过滤,改为加入提取溶液经提取完毕后,用水稀释至刻度再过滤。

本标准自实施之日起,HG 2557—1994 废止。

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)归口并负责解释。

本标准主要起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人:董学胜、杨晓霞、金志强。

本标准为首次制定。

钙 镁 磷 肥

1 范围

本标准规定了钙镁磷肥的要求,试验方法,检验规则,标识,包装、运输和贮存。

本标准适用于以磷矿石与含镁、硅的矿石,在高炉或电炉中经高温熔融、水淬、干燥和磨细所制得的钙镁磷肥;包括含有其他添加物的钙镁磷肥产品,其用途为农业上作肥料和土壤调理剂。

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1:1990)

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB 8569 固体化学肥料包装

GB 18382 肥料标识 内容和要求(neq ISO 7409:1984)

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

1999年4月1日国家质量技术监督局令第4号《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理方法》

3 要求

3.1 外观呈灰色粉末,无机械杂质。

3.2 钙镁磷肥应符合表1要求,同时应符合标明值。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
有效五氧化二磷(P ₂ O ₅)的质量分数/%	≥ 18.0	15.0	12.0
水分(H ₂ O)的质量分数/%	≤ 0.5	0.5	0.5
碱分(以 CaO 计)的质量分数/%	≥ 45.0	—	
可溶性硅(SiO ₂)的质量分数/%	≥ 20.0		
有效镁(MgO)的质量分数/%	≥ 12.0		
细度(通过 0.25 mm 试验筛)/%	≥	80	
注:优等品中碱分、可溶性硅和有效镁含量如用户没有要求,生产厂可不作检验。			

4 试验方法

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未标明规格和配制方法时,均应按 HG/T 2843 的规定。

4.1 外观

目视法测定。

4.2 试样溶液的制备

4.2.1 试剂和材料

4.2.1.1 柠檬酸溶液:20 g/L,pH 值约为 2.1。此溶液中加入 0.5 g 水杨酸防腐剂易于保存。

4.2.1.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2 仪器

4.2.2.1 通常实验室用仪器。

4.2.2.2 恒温水浴振荡器:能控制温度在 $(28\sim 30)^\circ\text{C}$ 的往复式振荡器或回旋式振荡器。

4.2.2.3 电热板:功率为 $(1.8\sim 2.4) \text{ kW}$ 。

4.2.3 磷、镁试样溶液的制备

称取 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于滤纸包裹试料,塞入干燥的 250 mL 量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 $(28\sim 30)^\circ\text{C}$ 的柠檬酸溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使滤纸破碎,试料分散于溶液中,保持溶液温度在 $(28\sim 30)^\circ\text{C}$ 之间,置于振荡器上振荡 1 h(振荡频率以量瓶内试料能自由翻动即可),然后取出量瓶,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液供测定磷、镁含量用。

4.2.4 碱分试样溶液的制备

称取 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于 300 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸溶液,搅拌使试料不致凝结,盖上表面皿,在电热板上煮沸 5 min 使其溶解,冷却后移入 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液供测定碱分用。

4.2.5 硅试样溶液的制备

称取 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于 250 mL 量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 $(28\sim 30)^\circ\text{C}$ 的盐酸溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使试料分散于溶液中,保持溶液温度在 $(28\sim 30)^\circ\text{C}$ 之间,置于振荡器上振荡 30 min(振荡频率以量瓶内试料能自由翻动即可),然后取出量瓶,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液供测定硅含量用。

4.2.6 空白溶液的制备

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备。

4.3 有效五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

4.3.1 原理

含磷溶液中的正磷酸根离子,在酸性介质中和喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥和称量所得沉淀。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.3.2.2 喹钼柠酮试剂。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 通常实验室用仪器。

4.3.3.2 玻璃坩埚式滤器:4 号,容积 30 mL。

4.3.3.3 恒温干燥箱:能控制温度 $(180\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.3.4 分析步骤

吸取一定量(含有 10 mg~20 mg 五氧化二磷)的试样溶液(4.2.3)于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。在电炉上加热至沸,取下,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1 min,或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温,冷却过程转动烧杯(3~4)次。

用预先在 $(180\pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥至恒量的玻璃坩埚式过滤器过滤,先将上层清滤液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀(1~2)次,每次约用 25 mL 水,将沉淀移入过滤器中,再用水洗涤,所用水共(125~150) mL,将沉淀连同过滤器置于 $(180\pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱中,待温度达到 180°C 后,干燥 45 min,取出移入干

燥器中冷却 30 min,称量。

同时进行空白试验。

4.3.5 分析结果的表述

有效五氧化二磷(P_2O_5)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_{01} \times \frac{V_{01}}{250}} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - m_2) \times 801.75}{m_{01} V_{01}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——测定时所得磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验时,所得磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;

m_{01} ——试料的质量,单位为克(g);

V_{01} ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.3.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.4 有效五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉容量法

4.4.1 原理

含磷溶液中的正磷酸根离子,在酸性介质中和喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,洗去所吸附酸液后,用过量的氢氧化钠标准滴定溶液溶解沉淀,再用盐酸标准滴定溶液返滴定。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.4.2.2 喹钼柠酮试剂。

4.4.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\ \text{mol/L}$ 。

4.4.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.25\ \text{mol/L}$ 。

4.4.2.5 百里香酚兰-酚酞混合指示液。

4.4.2.6 不含二氧化碳的水。

4.4.3 仪器

通常实验室用仪器:

4.4.4 分析步骤

吸取一定量(含有 10 mg~20 mg 五氧化二磷)的试样溶液(4.2.3)于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。在电炉上加热至沸,取下,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上微沸 1 min,或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温,冷却过程转动烧杯(3~4)次。

用中速滤纸或脱脂棉先将上层清液滤完,然后以倾泻法洗涤沉淀(3~4)次,每次约用 25 mL 水,将沉淀移到滤器中,继续用不含二氧化碳的水洗涤至滤液无酸性[取约 20 mL 滤液,加 1 滴混合指示剂和(2~3)滴氢氧化钠标准滴定溶液,所呈颜色与处理同体积的蒸馏水所呈的颜色相近为止]。将沉淀连同滤纸或脱脂棉转移到原烧杯中,用不含二氧化碳的水洗涤漏斗,将洗涤液全部转移至烧杯中,用滴定管或单标线吸管加入氢氧化钠标准滴定溶液,充分搅拌至沉淀全部溶解,然后再过量约 10 mL,加 100 mL

不含二氧化碳的水,搅匀,加 5 滴混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色经灰兰色变为微黄色为终点。

同时进行空白试验。

4.4.5 分析结果的表述

有效五氧化二磷(P_2O_5)含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 2.730}{1\,000 \times m_{01} \times \frac{V_{02}}{250}} \times 100$$

$$= \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 68.25}{m_{01} V_{02}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

2.730—— $1/52$ 五氧化二磷(P_2O_5)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_{01} ——试料的质量,单位为克(g);

V_{02} ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.4.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.5 水分的测定 重量法

4.5.1 原理

在一定温度的电热恒温干燥箱内,试样在规定时间内干燥,失去的质量表示为水分。

4.5.2 仪器

4.5.2.1 通常实验室用仪器。

4.5.2.2 恒温干燥箱:能控制温度(130 ± 2) $^{\circ}C$ 。

4.5.2.3 带磨口塞称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm。

4.5.3 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.001 g),置于预先在(130 ± 2) $^{\circ}C$ 干燥至恒量的称量瓶中,将称量瓶盖盖微打开。称量瓶置于干燥箱中应接近于温度计的水银球水平位置,待温度达到(130 ± 2) $^{\circ}C$ 时干燥 20 min 取出,将称量瓶盖盖上,在干燥器中冷却 30 min,称量。

4.5.4 分析结果的表述

水分(H_2O) w_3 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_{02} - m_3}{m_{02}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_{02} ——干燥前试料的质量,单位为克(g);

m_3 ——干燥后试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.5.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.03%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.06%。

4.6 碱分含量的测定 乙二胺四乙酸二钠容量法

4.6.1 原理

在 pH 值为 10 左右溶液中,加入三乙醇胺掩蔽铝,氰化钾掩蔽铁、锰等金属离子,抗坏血酸用于防止指示剂被铁-氰化物氧化,以铬黑 T 为指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液,可同时定量钙与镁,两者的总量以碱分表示(以 CaO 计)。对硅、磷等可加入柠檬酸排除干扰。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 抗坏血酸。

4.6.2.2 柠檬酸溶液:20 g/L。

4.6.2.3 氨水溶液:1+4。

4.6.2.4 三乙醇胺溶液:1+3。

4.6.2.5 氰化钾溶液:100 g/L,贮于塑料瓶中。

警告:氰化钾有剧毒,吸入、口服或经皮吸收均可引起急性中毒,采用次氯酸钠可对氰化物解毒。使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

4.6.2.6 氨-氯化铵缓冲溶液:pH≈10,按 HG/T 2843-1997 中 9.5.1 条配制。

4.6.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.8 甲基红指示液:1 g/L。

4.6.2.9 铬黑 T 指示液:5 g/L。

4.6.3 仪器

通常实验室用仪器。

4.6.4 分析步骤

吸取一定量(CaO+MgO 总量为 25 mg~35 mg)的试样溶液(4.2.4)于 250 mL 三角瓶中,用水稀释至 100 mL,加入 5 mL 柠檬酸溶液,1 滴甲基红指示液,用氨水溶液中和至溶液呈黄色(pH 值≈6)。加 0.1 g 抗坏血酸,10 mL 三乙醇胺溶液和 5 mL 氰化钾溶液(仲裁时必须使用 5 mL 氰化钾溶液),再用滴定管预加滴定所需体积 90%的 EDTA 标准滴定溶液、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 5 滴铬黑 T 指示液,继续以 EDTA 标准滴定溶液滴定至红色消失,完全变为纯蓝色时为终点。

含氰化钾废液的处理:氰化钾为剧毒品,废液不能直接排放,应将氰化物分解后再排放。分解时,在废液中加入氢氧化钠溶液,待 pH 值达到 10 左右,对 1 L 废液加约 30 g 的漂粉精(含有效氯在 60%以上)或约 100 mL 的次氯酸钠溶液[有效氯在(10~13)%]放置 1 h 后,和大量水一起排出。

4.6.5 分析结果的表述

碱分(CaO+MgO 总量,以 CaO 计) w_4 以质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{c_3 V_5 \times 56.08}{1\,000 \times m_{03} \times \frac{V_{03}}{250}} \times 100$$

$$= \frac{c_3 V_5 \times 1\,402}{m_{03} V_{03}} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

c_3 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_5 ——消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

56.08——氧化钙(CaO)摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

- m_{03} ——试料的质量,单位为克(g);
- V_{03} ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.6.6 允许差

- 平行测定结果的绝对差值不大于 0.25%。
- 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.7 可溶性硅含量的测定 氟硅酸钾容量法

4.7.1 原理

在酸性溶液中,可溶性硅与氟化钾生成氟硅酸钾沉淀,沉淀在沸水中水解释放出氟化氢,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。生成的正硅酸离解度很小,不以酸的形式参与滴定。

4.7.2 试剂和材料

- 4.7.2.1 氯化钾。
- 4.7.2.2 硝酸。
- 4.7.2.3 过氧化氢。
- 4.7.2.4 体积分数为 95%乙醇。
- 4.7.2.5 氟化钾溶液:58 g/L。
- 4.7.2.6 氯化钾乙醇溶液:50 g/L。
- 4.7.2.7 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 4.7.2.8 溴百里香酚兰-苯酚红混合指示液。

4.7.3 仪器

- 4.7.3.1 通常实验室用仪器。
- 4.7.3.2 聚乙烯烧杯:250 mL。
- 4.7.3.3 聚乙烯漏斗。
- 4.7.3.4 聚乙烯搅拌棒。
- 4.7.3.5 快速滤纸。

4.7.4 分析步骤

吸取一定量(含有 30 mg~50 mg 二氧化硅)的试样溶液(4.2.5)于 250 mL 聚乙烯烧杯中,加水至 40 mL,加 2 g 氯化钾,10 mL 硝酸,用聚乙烯棒搅拌至大部分氯化钾溶解,加 2 mL 过氧化氢,搅拌至氯化钾全部溶解。边搅拌边加入 8 mL 氟化钾溶液,在 15℃以下放置 10 min。用快速滤纸在聚乙烯漏斗上过滤,用氯化钾乙醇溶液洗涤烧杯和滤纸各三次,每次约 5 mL。将沉淀连同滤纸移入原烧杯中,加 8 mL“95%乙醇”淋洗杯壁,再加 1 mL 混合指示液,一边用聚乙烯棒将滤纸捣碎,一边用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色褪去呈稳定的蓝紫色为止(需反复用捣碎的滤纸擦洗烧杯壁),不记读数。在烧杯中放入 150 mL 沸水,放入沸水浴中水解,并立即以氢氧化钠标准滴定溶液再滴定至黄色褪去呈浅紫色为终点。记下所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积。

同时进行空白试验。

4.7.5 分析结果的表述

可溶性二氧化硅(SiO_2)含量 w_5 以质量分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{c_4(V_6 - V_7) \times 15.02}{1\,000 \times m_{04} \times \frac{V_{04}}{250}} \times 100$$

$$= \frac{c_4(V_6 - V_7) \times 375.5}{m_{04} V_{04}} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

c_4 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_6 ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_7 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

15.02——1/4 二氧化硅(SiO_2)摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_{04} ——试料的质量,单位为克(g);

V_{04} ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.7.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.35%。

4.8 有效镁含量的测定 乙二胺四乙酸二钠容量法

4.8.1 原理

在含有柠檬酸的溶液中,用乙二醇-双(α -氨基乙基醚)-四乙酸(EGTA)配位钙离子,在 $\text{pH} > 12$ 的强碱性溶液中,用三乙醇胺掩蔽铁、铝和锰,并使生成的氢氧化镁沉淀分离,沉淀溶解后,在 $\text{pH} \approx 10$ 的溶液中,以铬黑 T 为指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液定量镁。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 抗坏血酸。

4.8.2.2 乙二醇-双(α -氨基乙基醚)-四乙酸(EGTA)溶液:70 g/L。

4.8.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

4.8.2.4 氢氧化钠溶液:200 g/L 和 20 g/L。

4.8.2.5 盐酸溶液:1+9。

4.8.2.6 氨水溶液:1+4。

4.8.2.7 氨-氯化铵缓冲溶液: $\text{pH} \approx 10$,按 HG/T 2843—1997 中 9.5.1 条配制。

4.8.2.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.8.2.9 甲基红指示液:1 g/L。

4.8.2.10 孔雀绿指示液:1 g/L。

4.8.2.11 铬黑 T 指示液:5 g/L。

4.8.3 仪器

4.8.3.1 通常实验室用仪器;

4.8.3.2 快速滤纸。

4.8.4 分析步骤

吸取一定量(含有 15 mg~25 mg 氧化镁)的试样溶液(4.2.3)于 300 mL 烧杯中,加 5 mL EGTA 溶液,用水稀释至 100 mL。加 30 mL 三乙醇胺溶液,搅拌混匀,加入 2 滴孔雀绿指示液,用 200 g/L 氢氧化钠溶液中和至溶液为无色,再过量 3 mL。加热至 80℃左右,此时沉淀凝聚成块,趁热以快速滤纸过滤,用 20 g/L 氢氧化钠热溶液洗涤烧杯和沉淀各 3 次,然后用约 20 mL 热的盐酸溶液分数次将沉淀溶解于原烧杯中,再用热水洗涤滤纸(6~8)次,并稀释至 150 mL。

于烧杯中加 1 滴甲基红指示液,用氨水溶液中和至溶液呈黄色($\text{pH} \approx 6$),加 0.1 g 抗坏血酸和 5 mL 三乙醇胺溶液,10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 5 滴铬黑 T 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至红色消失,完全变为纯蓝色时为终点。

4.8.5 分析结果的表述

有效镁(MgO) w_6 以质量分数(%)表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{c_5 V_8 \times 40.31}{1\,000 \times m_{01} \times \frac{V_{05}}{250}} \times 100$$

$$= \frac{c_5 V_8 \times 100 \times 7.75}{m_{01} V_{05}} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

c_5 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_8 ——消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

40.31——氧化镁(MgO)摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_{01} ——试料的质量,单位为克(g);

V_{05} ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.8.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.25%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

4.9 细度的测定 筛分法

4.9.1 原理

用筛分的方法计算试样通过规定筛孔的质量分数。

4.9.2 仪器

4.9.2.1 试验筛:孔径0.25 mm,应符合GB/T 6003.1—1997中R40/3系列的要求、另附筛盖和底盘。

4.9.2.2 天平:感量0.5 g。

4.9.2.3 电动振筛机。

4.9.3 分析步骤

将孔径0.25 mm的试验筛放在底盘上,称取约100 g试样(精确至0.5 g),置于筛中,盖好筛盖,置于振筛机上夹紧(仲裁时必须用振筛机),振荡10 min,然后将筛上残留物用毛刷刷扫在表面皿上,称量。

4.9.4 分析结果的表述

通过0.25 mm试验筛的细度 w_7 以质量分数(%)表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_{05} - m_4}{m_{05}} \times 100 \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_{05} ——试料的质量,单位为克(g);

m_4 ——筛上残留试料的质量,单位为克(g)。

5 检验规则

5.1 本标准中产品质量指标合格判断,采用GB/T 1250中“修约值比较法”。

5.2 产品应由生产企业质量监督部门进行检验,生产企业应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求,每一批出厂的产品都应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品等级、产品净含量、有效五氧化二磷含量、生产许可证标记和编号、及本标准号。

5.3 用户有权按本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的产品进行检验,核验其质量指标是否符合本标准的要求。

5.4 如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自二倍量的包装袋中采取样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品不能验收。

5.5 产品按批检验,以一天或两天的产量为一批,最大批量为 300 t。

5.6 袋装产品按表 2 取样,超过 512 袋时,按式(8)计算结果采样,计算结果如遇小数时,则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

n ——采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

按表 2 或式(8)计算结果,随机抽取一定袋数,用采样器从每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

表 2 采样袋数

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
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	451~512	24
152~181	17		

5.7 散装产品,按 GB/T 6679 规定进行采样。

5.8 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约 0.5 kg。分装于两个洁净、干燥的 250 mL 具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶作产品质量分析,另一瓶保存二个月,以备查用。

5.9 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》有关规定执行。

6 标识

包装容器标识应执行 GB 18382。

7 包装、运输和贮存

7.1 产品用复合袋(塑料编织布/膜/牛皮纸三合一袋或塑料编织布/牛皮纸二合一袋)或编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或内涂膜聚丙烯编织袋包装,应按 GB 8569 规定进行。每袋净含量(50±1.0) kg、(40±0.8) kg、(25±0.5) kg,每批平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。

7.2 产品应贮存于阴凉干燥处,包装件堆置高度应不大于 7 m。在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。