



中华人民共和国国家标准

GB 20413—2006

过磷酸钙

Superphosphate

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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准第3章、第5章、第6章、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 2740—1995《过磷酸钙》基础上制定。

本标准与HG 2740—1995的主要差异为:

——增加了粒状过磷酸钙的技术指标;

——有效磷含量的测定中,提取液改为37.5 g/L 乙二胺四乙酸二钠溶液,分析步骤亦进行了简化;

——过磷酸钙包装净含量增加了以有效五氧化二磷折算计一项,以避免由于水分蒸发而引起的误差。

本标准自实施之日起,HG 2740—1995 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。

本标准起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、云南红磷化工有限责任公司。

本标准主要起草人:张小沁、谈述论、朱涛、李滢、祝益良。

本标准为首次制定。

过磷酸钙

1 范围

本标准规定了过磷酸钙的要求,试验方法,检验规则,标识,包装、运输和贮存。

本标准适用于工业硫酸处理磷矿制成的农业用疏松状和粒状过磷酸钙(包括加入有机质等添加物的过磷酸钙产品)。

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 18382 肥料标识 内容和要求(GB 18382—2001, 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办法》

3 要求

3.1 疏松状过磷酸钙

3.1.1 外观呈有色疏松状物,无机械杂质。

3.1.2 过磷酸钙应符合表1要求,同时应符合标明值。

表 1

项 目	优等品	一等品	合格品	
			I	II
有效磷(以 P ₂ O ₅ 计)的质量分数/% ≥	18.0	16.0	14.0	12.0
游离酸(以 P ₂ O ₅ 计)的质量分数/% ≤	5.5	5.5	5.5	5.5
水分的质量分数/% ≤	12.0	14.0	15.0	15.0

3.2 粒状过磷酸钙

3.2.1 外观呈有色颗粒,无机械杂质。

3.2.2 粒状过磷酸钙应符合表2要求,同时应符合标明值。

表 2

项 目	优等品	一等品	合格品	
			I	II
有效磷(以 P ₂ O ₅ 计)的质量分数/% ≥	18.0	16.0	14.0	12.0
游离酸(以 P ₂ O ₅ 计)的质量分数/% ≤	5.5	5.5	5.5	5.5
水分的质量分数/% ≤	10.0			
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm)的质量分数/% ≥	80			

4 试验方法

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 之规定。

4.1 外观

目视法测定。

4.2 试样制备

按 5.8~5.9 制备试样。

4.3 有效磷含量测定 磷钼酸喹啉重量法

4.3.1 原理

用乙二胺四乙酸二钠溶液提取样品中的有效磷,提取液中正磷酸根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,用磷钼酸喹啉重量法测定磷的含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 乙二胺四乙酸二钠溶液(37.5 g/L):称取 37.5 g 乙二胺四乙酸二钠于 1 000 mL 烧杯中,加少量水溶解,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.3.2.2 喹钼柠酮试剂。

4.3.2.3 硝酸溶液:1+1。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 通常实验室用仪器。

4.3.3.2 恒温干燥箱,能控制温度在(180±2)℃。

4.3.3.3 玻璃坩埚式滤器,4号,容积 30 mL。

4.3.3.4 恒温水浴振荡器,能控制温度在(60±1)℃的往复式振荡器或回旋式振荡器。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 有效磷的提取

称取含有 100 mg~180 mg 五氧化二磷的试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 量瓶中(可用滤纸包裹),加入 150 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使试样分散于溶液中(如用滤纸包裹须摇碎),置于(60±1)℃的恒温水浴振荡器中,保温振荡 1 h(振荡频率以量瓶内试样能自由翻动即可)。然后取出量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初部分滤液,即得试液,供测定有效磷含量用。

4.3.4.2 有效磷的测定

用单标线吸管吸取 25 mL 试液,移入 300 mL~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。

用预先在(180±2)℃干燥箱内干燥至恒量的玻璃坩埚式滤器过滤,先将上层清液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀 1~2 次,每次用 25 mL 水,将沉淀移入滤器中,再用水洗涤,洗涤所用的水共计在 125 mL~150 mL,将沉淀连同滤器置于(180±2)℃干燥箱内,待温度达到 180℃后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却 30 min,称量。

4.3.4.3 空白试验

除不加试样外,须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行操作。

4.3.5 分析结果的表述

有效磷含量以 P₂O₅ 的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_0 \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 32.07}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验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_0 ——试料质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

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 游离酸含量的测定 容量法

4.4.1 原理

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定游离酸。根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的量,求得游离酸含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2 溴甲酚绿指示液:2 g/L。

4.4.2.3 苯二甲酸盐标准缓冲溶液:pH 值为 6.86(25℃)。

4.4.2.4 磷酸盐标准缓冲溶液:pH 值为 4.00(25℃)。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 通常实验室用仪器。

4.4.3.2 酸度计: $\pm 0.1 \text{ pH}$ 。

4.4.3.3 磁力搅拌器。

4.4.3.4 10 mL 或 25 mL 碱式滴定管。

4.4.3.5 振荡器:同 4.3.3.4,常温振荡。或有同样振荡效果的振荡器。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 酸度计法(仲裁法)

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),移入 250 mL 量瓶中,加入 100 mL 水,振荡 15 min 后,稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初滤液。

用单标线吸管吸取 50 mL 滤液于 250 mL 烧杯中,用水稀释至 150 mL,置烧杯于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,放入磁针,在已使用标准缓冲溶液定位的酸度计上一边搅拌,一边用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH 值为 4.5。

4.4.4.2 指示剂法

用单标线吸管吸取滤液 50 mL(如滤液混浊时,适当减少吸取量)于 250 mL 三角烧瓶中,用水稀释至 100 mL~120 mL,加入 0.5 mL 溴甲酚绿指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液,滴定至溶液呈纯绿色为终点。

4.4.5 分析结果的表述

游离酸含量以 P_2O_5 计的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c V M}{m_3 \times \frac{V_1}{250} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——五氧化二磷($\frac{1}{2}\text{P}_2\text{O}_5$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M=71.00$];

V_1 ——吸取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.4.6 允许差

允许差平行测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.5 水分测定 烘箱干燥法

4.5.1 原理

在(100±2)℃下,试样干燥 3 h 后的失去的质量为水分的含量。

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:能控制温度在(100±2)℃。

4.5.2.3 称量瓶:直径为 50 mm、高为 30 mm。

4.5.3 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),均匀散布于预先在(100±2)℃下干燥的称量瓶中,置于恒温干燥箱内,称量瓶应接近于温度计的水银球水平位置,干燥 3 h 取出,放入干燥器中冷却 30 min 后称量。

4.5.4 分析结果的表述

水分的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_4 ——干燥前试料的质量,单位为克(g);

m_5 ——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作为测定结果。

4.5.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.40%。

4.6 粒度测定 筛分法

4.6.1 原理

用一定规格试验筛,将实验室样品分成不同粒径的颗粒,称量,计算质量分数。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 通常实验室用仪器。

4.6.2.2 试验筛(GB 6003.1—1997 R40/3 系列):孔径为 1.00 mm、4.75 mm(或 3.35 mm、5.60 mm)的筛子,附盖和底盘。

4.6.2.3 天平:感量为 0.5 g;

4.6.2.4 振筛机。

4.6.3 分析步骤

将筛子按 1.00 mm、4.75 mm(或 3.35 mm、5.60 mm)由下到上依次叠好装上底盘,称取 5.9 中经缩分的试样约 200 g(精确至 0.5 g),置于所选定的筛子上,盖上筛盖,置于振筛机上,夹紧筛盖,振荡 5 min,或进行人工筛分,称量 1.00 mm~4.75 mm(或 3.35 mm~5.60 mm)之间的试料(精确至 0.5 g),夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

4.6.4 分析结果表述

粒度 w_4 以 1.00 mm~4.75 mm(或 3.35 mm~5.60 mm)的质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_6}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_6 ——筛子 1.00 mm~4.75 mm(或 3.35 mm~5.60 mm)之间的试料质量,单位为克(g);

m_7 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至一位小数。

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。每批出厂的产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、有效磷含量、许可证号、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单元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 1 500 t。

5.6 袋装产品按表 3 取样,超过 512 袋时,按式(5)计算结果采样,计算结果如遇小数时,则进为整数。

$$\text{采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{N} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

N ——每批肥料总袋数。

按表 3 或式(5)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 $\frac{3}{4}$ 处,取出不少于 100 g 的样品,每批采样总量不得少于 2 kg。

表 3 采样袋数

总包装袋数	采样袋数	总包装袋数	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粒状样品缩分至约 1 kg;粉状样品缩分至约 0.5 kg。分装于两个洁净、干燥的 500 mL 或 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、取样日期、取样人姓名。一瓶作产品质量分析,另一瓶保存二个月,以备查用。

5.9 试样制备。由 5.8 中所取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 2 mm 试验筛,混匀,收集到干燥瓶中,供有效磷、游离酸、水分测定用。如系粒状样品,余下样品供粒度测

定用。

5.10 净含量检验：

出厂检验以产品袋平均净含量的称量值为准；

厂外检验以产品袋平均净含量的折算值为准。

袋平均净含量的折算值(m_9)按式(6)计算：

$$m_9 = \frac{m_8 w_1}{w_0} \dots\dots\dots(6)$$

式中：

m_8 ——产品袋平均净含量的厂外检验称量数值,单位为千克(kg)；

w_1 ——有效五氧化二磷质量分数的测定值,以%表示；

w_0 ——有效五氧化二磷质量分数的标明值,以%表示。

5.11 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》有关规定仲裁执行。

6 标识

在包装容器上标明有效磷含量,其余执行 GB 18382。

7 包装、运输和贮存

7.1 产品包装应使用强度符合要求的塑料编织袋。每袋净含量(50±1.0) kg、(40±0.8) kg、(25±0.5) kg、(10±0.2) kg,平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。

7.2 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破裂。

