



中华人民共和国国家标准

GB/T 8577—2010
代替 GB/T 8577—2002

复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法

Determination of free water for compound fertilizers—
Karl Fischer method

2010-09-26 发布

2011-03-01 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

本标准是复混肥料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 8571—2008《复混肥料 实验室样品制备》;
- GB/T 8572—2010《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 8573—2010《复混肥料中有效磷含量的测定》;
- GB/T 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》;
- GB/T 8576—2010《复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法》;
- GB/T 8577—2010《复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 24890—2010《复混肥料中氯离子含量的测定》;
- GB/T 24891—2010《复混肥料粒度的测定》。

本标准代替 GB/T 8577—2002《复混肥料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:将吸取 10 mL 试液改为 5 mL 试液,并对计算公式作了相应的改动。

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。

本标准负责起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、无锡市太平洋化肥有限公司。

本标准主要起草人:章明洪、张求真、金志强、袁云。

本标准于 1988 年首次发布,2002 年第一次修订。

复混肥料中游离水含量的测定

卡尔·费休法

1 范围

本标准规定用二氧六环萃取肥料中的游离水,然后用卡尔·费休试剂滴定的方法,测定复混肥料中游离水含量。

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。

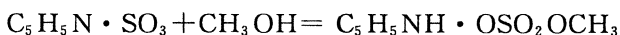
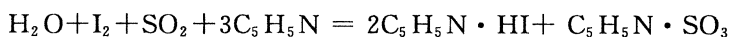
GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(GB/T 6283—2008, ISO 760:1978, NEQ)

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、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 试剂和材料

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 5A 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;

4.2 甲醇:水含量的质量分数 $\leq 0.05\%$,如试剂含水量的质量分数 $> 0.05\%$,于 500 mL 甲醇中加入 5A 分子筛(4.1)约 50 g,塞上瓶塞,放置过夜,吸取上层清液使用;

4.3 二氧六环:经脱水处理,方法同 4.2;

4.4 无水乙醇:经脱水处理,方法同 4.2;

4.5 卡尔·费休试剂:按 GB/T 6283 配制。

注:无吡啶的卡尔·费休改进试剂也可使用,其配制方法见 HG/T 2843。

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、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,用二水合酒石酸钠(或水)标定。

6.2 测定

做两份试料的平行测定。

按 GB/T 8571 规定制备实验室样品。

于 125 mL 带盐水瓶橡皮塞的锥形瓶中,精确称取游离水含量不大于 150 mg 的实验室样品 1.5 g~2.5 g,称准至 0.000 2 g,盖上瓶塞,用注射器注入 50.0 mL 二氧六环(除仲裁必须使用外,一般情况下,可用无水乙醇或甲醇代替),摇动或振荡数分钟,静置 15 min,再摇动或振荡数分钟,待试样稍为沉降后,取部分溶液于带盐水瓶橡皮塞的离心管中离心。

通过排泄嘴将滴定容器中残液放完,加 50 mL 甲醇于滴定容器中,甲醇用量须足以淹没电极,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 二氧六环萃取液,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(V_1)。

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。其后进行下一次测定。

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(V_2)。

7 分析结果的表述

7.1 分析结果的计算

游离水含量 w ,以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{T(V_1 - V_2)}{m \times \frac{5}{50} \times 1\,000} \times 100 = \frac{(V_1 - V_2)T}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——滴定 5.0 mL 二氧六环萃取溶液所消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定 5.0 mL 二氧六环所消耗的卡尔·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 ——试料的质量的数值,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

游离水的质量分数 $w \leq 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.30\%$;

游离水的质量分数 $w > 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.40\%$ 。