



中华人民共和国国家标准

GB/T 10510—2007
代替 GB/T 10510—1998

硝酸磷肥、硝酸磷钾肥

Nitrophosphate and potassium nitrophosphate

2007-06-06 发布

2007-09-01 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

本标准代替 GB/T 10510—1998《硝酸磷肥》。

本标准与 GB/T 10510—1998 相比,主要变化如下:

- 根据硝酸磷肥的开发生产需要,规定了硝酸磷钾肥的技术要求;
- 制定了氧化钾含量和氯离子含量的测定方法;
- 在原标准规定的要求基础上规定了总养分及配合式要求;
- 取消了强度指标。

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)、天脊煤化工集团有限公司。

本标准主要起草人:杨晓霞、张家宏、房朋、马爱枝、卫丽华。

本标准于 1989 年首次发布。

硝酸磷肥、硝酸磷钾肥

1 范围

本标准规定了硝酸磷肥和硝酸磷钾肥的要求,试验方法,检验规则,标识,包装、运输和贮存。

本标准适用于主要以硝酸分解磷矿石后加工制得的氮磷比约为 2:1 的肥料以及在其生产过程中加入钾盐而制得的肥料。

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 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8569 固体化学肥料包装

GB/T 10511 硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

GB/T 10512 硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

GB/T 10513 硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法

GB/T 10514 硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法

GB/T 10515 硝酸磷肥粒度测定

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

3 术语及定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

硝酸磷肥 nitrophosphate

以硝酸分解磷矿石后加工制得的氮磷比约为 2:1 的肥料。

3.2

硝酸磷钾肥 potassium nitrophosphate

以硝酸分解磷矿石并加入钾盐加工制得的肥料。

3.3

配合式 formula

按 $N-P_2O_5-K_2O$ (总氮-有效五氧化二磷-氧化钾)顺序,用阿拉伯数字分别表示其在肥料中所占百分比含量的一种方式。

注:“0”表示肥料中不含该元素。

4 要求

4.1 外观:颗粒状产品,无机械杂质。

4.2 硝酸磷肥和硝酸磷钾肥应符合表 1 要求,同时应符合标明值。

表 1

项 目	硝酸磷肥			硝酸钾肥		
	优等品 27-13.5-0	一等品 26-11-0	合格品 25-10-0	优等品 22-10-10	一等品 22-9-9	合格品 20-8-10
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数/% $\geq$	40.5	37.0	35.0	42.0	40.0	38.0
水溶性磷占有有效磷百分率/% $\geq$	70	55	40	60	50	40
水分(游离水)的质量分数/% $\leq$	0.6	1.0	1.2	0.6	1.0	1.2
粒度(粒径 1.00 mm~4.75 mm)/% $\geq$	95	85	80	95	85	80
氯离子(Cl ⁻)的质量分数/% $\leq$	—	—	—	3.0	3.0	3.0
注 1: 单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不得大于 1.5%。 注 2: 如硝酸钾肥产品氯离子含量大于 3.0%, 并在包装容器上标明“含氯”, 可不检验该项目; 包装容器未标明“含氯”时, 必须检验氯离子含量。						

5 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 之规定。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮的测定(蒸馏后滴定法)

按 GB/T 10511 进行。

5.3 有效磷和水溶性磷占有有效磷百分率的测定(磷钼酸喹啉重量法)

按 GB/T 10512 进行。

5.4 氧化钾的测定(四苯硼钾重量法)

5.4.1 原理

在弱碱性介质中, 以四苯硼酸钠溶液沉淀试样溶液中的钾离子, 将沉淀过滤、干燥及称重。为了防止阳离子干扰, 可预先加入适量的乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA), 使阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 四苯硼酸钠溶液: 15 g/L。

5.4.2.2 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)溶液: 40 g/L。

5.4.2.3 氢氧化钠溶液: 400 g/L。

5.4.2.4 四苯硼酸钠洗涤液: 1.5 g/L。

5.4.2.5 酚酞指示液: 5 g/L 乙醇溶液, 溶解 0.5 g 酚酞于 100 mL 95%(质量分数)乙醇中。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 通常实验室用仪器。

5.4.3.2 玻璃坩埚式滤器: 4 号, 30 mL。

5.4.3.3 干燥箱: 能维持 120℃±5℃ 的温度。

5.4.4 试样溶液的制备

称取按 6.4.2 制备的试样 4 g~5 g(称准至 0.000 2 g), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加约 150 mL 水, 加热煮沸 30 min, 冷却, 定量转移到 250 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 干过滤, 弃去最初 50 mL 滤液。

5.4.5 分析步骤

准确吸取 25 mL 试样溶液(5.4.4)于 200 mL 烧杯中, 加 20 mL EDTA 溶液, 加 2~3 滴酚酞指示

液,滴加氢氧化钠溶液至红色出现时,再过量 1 mL,在通风柜内缓慢加热煮沸 15 min(注意!不能煮干,如在煮沸过程中溶液太少时可加入适量水),冷却至室温,若红色消失,再用氢氧化钠溶液调至红色。

在不断搅拌下,于上述溶液中逐滴加入四苯硼酸钠溶液,加入量为每含 1 mg 氧化钾加四苯硼酸钠溶液 0.5 mL,并过量约 7 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min 以上,用倾滤法将沉淀过滤于 120℃ 下预先恒重的 4 号玻璃坩埚式滤器内,用四苯硼酸钠洗涤液洗涤沉淀 5~7 次,每次用量约 5 mL,在洗涤的同时将沉淀全部转移至滤器内,最后用水洗涤 2 次,每次用量 5 mL。

将盛有沉淀的坩埚置入 120℃±5℃ 干燥箱中,干燥 1.5 h,然后放在干燥器中冷却,称重。

同时进行空白试验。

5.4.6 分析结果的表述

氧化钾(以 K_2O 计)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.1314}{m_0 \times \frac{25}{250}} \times 100$$

$$= \frac{(m_2 - m_1) \times 131.4}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——测定试样溶液时所得沉淀质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——空白试验时所得沉淀质量的数值,单位为克(g);

0.1314——四苯硼酸钾质量换算为氧化钾质量的系数的数值;

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

25——吸取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.4.7 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%。

5.5 水分(游离水)的测定

5.5.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 10513 进行。

5.5.2 烘箱法

按 GB/T 10514 进行。

5.6 粒度的测定 筛分法

按 GB/T 10515 进行,试验筛孔径为 1.00 mm 和 4.75 mm。

5.7 氯离子的测定 佛尔哈德法

5.7.1 原理

试料在微酸性溶液中,加入过量的硝酸银溶液,使氯离子转化成为氯化银沉淀,用邻苯二甲酸二丁酯包裹沉淀,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 邻苯二甲酸二丁酯;

5.7.2.2 硝酸溶液:1+1;

5.7.2.3 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$ 。称取 8.7 g 硝酸银,溶解于水中,稀释至 1 000 mL,储存于棕色瓶中;

5.7.2.4 氯离子标准溶液:1 mg/mL。准确称取 1.648 7 g 经 270℃~300℃ 烘干至恒重的基准氯化钠于烧杯中,用水溶解后,移入 1 000 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀,储存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含

1 mg 氯离子(Cl^-);

5.7.2.5 硫酸铁铵指示液:80 g/L。溶解 8.0 g 硫酸铁铵于 75 mL 水中,过滤,加几滴硫酸,使棕色消失,稀释至 100 mL。

5.7.2.6 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.05 \text{ mol/L}$ 。称取 3.8 g 硫氰酸铵溶解于水中,稀释至 1 000 mL。

标定方法如下:准确吸取 25.0 mL 氯标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液和 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。加入水,使溶液中体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙色或砖红色为止。同时进行空白试验。

硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(2)计算:

$$c = \frac{m_3 \times 1\,000}{35.45 \times (V_{01} - V_1)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_3 ——所取氯离子标准溶液中氯离子的质量的数值,单位为克(g);

35.45——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

V_{01} ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定剩余的硝酸银所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.7.3 分析步骤

称取试样约 1 g 至 10 g(精确至 0.001 g)(称样范围见表 2)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,缓慢加热至沸,继续微沸 10 min,冷却至室温,溶液转移到 250 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初的部分滤液。

表 2

氯离子质量分数(X)/%	$X < 5$	$5 \leq X \leq 25$	$X > 25$
称样量/g	10~5	5~1	1

准确吸取一定量的滤液(含氯离子约 25 mg)于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,加入 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。

加入水,使溶液总体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙色或砖红色为止。同时进行空白试验。

5.7.4 分析结果的表述

氯离子(以 Cl^- 计)含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V_{02} - V_2)c \times 35.45}{1\,000 \times m_4 D} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_{02} ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定试液时所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

35.45——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_4 ——试料质量的数值,单位为克(g);

D ——测定时吸取试液体积与试液的总体积之比。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.7.5 允许差

5.7.5.1 平行测定结果的绝对差值(%)应符合表 3 要求。

表 3

氯离子质量分数(X)/%	$X < 5$	$5 \leq X \leq 25$	$X > 25$
绝对差值 $\leq$	0.20	0.30	0.40

5.7.5.2 不同实验室测定结果的绝对差值(%)应符合表 4 要求。

表 4

氯离子质量分数(X)/%	$X < 5$	$5 \leq X \leq 25$	$X > 25$
绝对差值 $\leq$	0.30	0.40	0.60

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验为出厂检验,检验项目为第 4 章的全部内容。

6.2 组批

产品按批检验,以每班产量为一批。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 5 确定采样袋数;大于 512 袋时,按式(4)计算结果确定采样袋数,如遇小数,则进为整数。

表 5 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		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

n ——采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

按表 5 或式(4)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四分之三处,取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行采样。

6.4 样品缩分及试样制备

6.4.1 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不少于 1 kg。分装于两个洁净、干燥的 500 mL 具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、产品等级、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名,一瓶做产品质量分析,另一瓶保存两个月,以备查用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,做成分分析。余下样品供粒度测定用。

6.5 结果判定

6.5.1 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”。

6.5.2 出厂检验的项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。每批检验合格的出厂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、产品等级、批号或生产日期、产品净含量、总养分、配合式及本标准编号。

6.5.3 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,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要求,则判该批产品不合格。

7 标识

如产品中氯离子的质量分数大于 3.0%,应在包装容器上标明“含氯”,非硝酸分解磷矿石制得的肥料不应标注硝酸磷肥(硝酸钾肥)。其余应执行 GB 18382 的规定。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品用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 规定执行。每袋净含量(50±0.5)kg、(40±0.4)kg、(25±0.25)kg,平均每袋净含量分别不应低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。

8.2 产品的贮存和运输过程应防潮、防晒、防破裂。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

硝酸磷肥、硝酸磷钾肥

GB/T 10510—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.75 字数 14 千字

2007年12月第一版 2007年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30260 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)68533533



GB/T 10510—2007