



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0736.10—2013
代替 SN/T 0736.10—1999

进出口化肥检验方法 第 10 部分：游离酸的测定

Test method of import and export fertilizers—
Part 10: Determination of free acid

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局



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

第 10 部分:游离酸的测定

SN/T 0736.10—2013

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字

2013 年 8 月第一版 2013 年 8 月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25724 定价 14.00 元

前 言

SN/T 0736《进出口化肥检验方法》共分为 15 部分：

- 第 1 部分：取样和制样；
- 第 2 部分：水分的测定；
- 第 3 部分：粒度的测定；
- 第 4 部分：火焰原子吸收光谱法测定钠量；
- 第 5 部分：氮含量的测定；
- 第 6 部分：磷的测定；
- 第 7 部分：钾含量的测定；
- 第 8 部分：缩二脲含量的测定；
- 第 9 部分：氯含量的测定；
- 第 10 部分：游离酸的测定；
- 第 11 部分：自动分析仪测定氮含量；
- 第 12 部分：电感耦合等离子体质谱法测定有害元素砷、铬、镉、汞、铅；
- 第 13 部分：火焰原子吸收光谱法测定铜、锌、铁、锰、镁、钴、镍的含量；
- 第 14 部分：离子色谱法测定微量无机阴离子；
- 第 15 部分：微波消解-原子荧光光谱法同时测定砷、汞含量。

本部分为 SN/T 0736 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 0736.10—1999《进出口化肥检验方法 游离酸的测定》。

本部分与 SN/T 0736.10—1999 比较，主要技术变化如下：

- 本部分按照 GB/T 1.1《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》的规定对原 SN/T 0736.10—1999 的结构和编写进行了规范性修改和补充；
- 本部分对方法提要、仪器、试剂、分析步骤和精密度进行了修改。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：张子山、王淑慧。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 0736.10—1999。

进出口化肥检验方法

第 10 部分:游离酸的测定

1 范围

SN/T 0736 的本部分规定了进出口化肥的游离酸含量的测定方法。

本部分适用于硫酸铵、硝酸铵、硫酸钾、氯化铵、重过磷酸钙等进出口化肥中游离酸含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 0736.1 进出口化肥检验方法 第 1 部分:取样和制样

3 试剂

除另有说明外,所用的试剂均为分析纯,实验室用水应至少符合 GB/T 6682 中三级用水的要求。

3.1 氢氧化钠。

3.2 一水柠檬酸。

3.3 十二水磷酸氢二钠。

3.4 体积分数为 95% 的乙醇。

3.5 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L):按 GB/T 601 中规定配制及标定。

3.6 柠檬酸标准溶液(0.1 mol/L):准确称取 5.252 5 g 一水柠檬酸(3.2)溶于水,定容至 250 mL。

3.7 磷酸氢二钠标准溶液(0.1 mol/L):准确称取 8.954 g 十二水磷酸氢二钠(3.3)溶于水,定容至 250 mL。

3.8 缓冲溶液(pH 值约为 4.5):移取 21.6 mL 柠檬酸标准溶液(3.6)和 28.4 mL 磷酸氢二钠标准溶液(3.7)于 100 mL 烧杯内,混匀,加入 0.5 mL 溴甲酚绿指示剂(3.10)。

3.9 甲基红指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 甲基红,溶于乙醇(3.4),用乙醇(3.4)稀释至 100 mL。

3.10 溴甲酚绿指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于乙醇(3.4),用乙醇(3.4)稀释至 100 mL。

4 仪器

分析天平:感量 0.01 g、0.001 g。

5 取样和试样的制备

按 SN/T 0736.1 规定取样和制备样品。

6 分析步骤

6.1 游离硫酸、游离硝酸和游离盐酸的测定

6.1.1 适用范围

适用于含有游离硫酸、游离硝酸和游离盐酸的进出口化肥。

6.1.2 方法提要

化肥在水溶液中析出的游离酸(包括硫酸、硝酸和盐酸),以甲基红为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,溶液由红变黄(pH 值约为 6.2)即为终点,以所耗氢氧化钠标准滴定溶液用量计算游离酸的含量。

6.1.3 测定步骤

6.1.3.1 称取试料

称取约 25 g 试料(含有游离硫酸、游离硝酸和游离盐酸的化肥),精确至 0.01 g。

6.1.3.2 试液制备

将所称试料(6.1.3.1)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,过滤。

6.1.3.3 滴定

准确吸取 100 mL 试液或滤液(6.1.3.2)放入 250 mL 锥形瓶中,加 3 滴甲基红指示剂(3.9),逐滴加入氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)直至溶液呈黄色。

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

6.1.3.4 空白试验

随同试料做空白试验。

6.1.4 结果计算

以质量分数表示的游离硫酸含量 w_1 、游离硝酸含量 w_2 、游离盐酸含量 w_3 分别按式(1)、式(2)和式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.049\ 04}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

$$w_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.063\ 02}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

$$w_3 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.036\ 47}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V —— 滴定试料溶液所耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白液所耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的体积,单位为毫升(mL);
- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 100 mL 滴定用试液或滤液中的试料质量,单位为克(g);

- 0.049 04——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(1.000 mol/L)相当的以克表示的硫酸(H_2SO_4)的质量;
- 0.063 02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(1.000 mol/L)相当的以克表示的硝酸(HNO_3)的质量;
- 0.036 47——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(1.000 mol/L)相当的以克表示的盐酸(HCl)的质量。

6.2 游离磷酸的测定

6.2.1 适用范围

适用于含有游离磷酸的进出口化肥。

6.2.2 方法提要

化肥在水溶液中析出的游离磷酸,以溴甲酚绿为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,当溶液的 pH 值约为 4.5 时,以所耗氢氧化钠标准滴定溶液用量计算游离磷酸的含量。

6.2.3 测定步骤

6.2.3.1 称取试料

称取约 5 g 试料,精确至 0.001 g。

6.2.3.2 试液制备

将所称试料(6.2.3.1)溶解于水中,移入 500 mL 容量瓶,加入 400 mL 水,振摇 0.5 h 后,用水稀释至标线,充分摇匀,如试液呈浑浊或含有不溶物,过滤。

6.2.3.3 滴定

准确吸取 100 mL 试液或滤液(6.2.3.2)放入 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水和 0.5 mL 溴甲酚绿指示剂(3.10),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)滴定,直至试料溶液颜色与缓冲溶液(3.8)颜色一致。

6.2.3.4 空白试验

随同试料做空白试验。

6.2.4 结果计算

以质量分数表示的游离磷酸含量 w_1 按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.070\ 98}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——滴定试料溶液所耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白液所耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(3.5)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——100 mL 滴定用试液或滤液中的试料质量,单位为克(g);

0.070 98——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(1.000 mol/L)相当的以克表示的五氧化二磷($\frac{1}{2}\text{P}_2\text{O}_5$)的质量。

7 精密度

用表 1 精密度数据来判断结果的可靠性(95%置信概率)。

表 1 精密度 %

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

在通常正确的操作方法下,由同一个操作员使用同一仪器设备,在最短的时间段内,对同一物料所做出的两个测试结果之间的差出现大于重复性限 r 的情况,平均在 20 次测试中不会超过一次。

在通常正确的操作方法下,由两个实验室报告的对同一物料进行测试的测试结果的差出现大于再现性限 R 的情况,平均在 20 次测试中不会超过一次。

表 1 中的精密度数据是依据 GB/T 6379.2,在 1995 年,对 15 个实验室和 2 个测试水平所组织和分析的试验而得到的。



SN/T 0736.10-2013

书号:155066 • 2-25724
定价: 14.00 元