

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

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:

 $H_2O+I_2+SO_2+3C_5H_5N = 2C_5H_5N \cdot HI + C_5H_5N \cdot SO_3$

 $C_5 H_5 N \cdot SO_3 + CH_3 OH = C_5 H_5 NH \cdot OSO_2 OCH_3$

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 ℃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。