

UDC 631.89 : 543.06
G 20



中华人民共和国国家标准

GB 8577—88

复混肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法

**Determination of free water for compound
fertilizers—Karl fischer method**

1988-01-03 发布

1988-09-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

复混肥料中游离水含量测定
卡尔·费休法UDC 631.89
: 543.06
GB 8577—88Determination of free water for compound
fertilizers—Karl fischer method

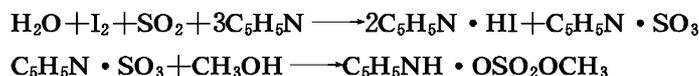
本标准规定用二氧六环萃取肥料中的游离水,然后用卡尔·费休试剂滴定的方法,测定复混肥料中游离水含量。

1 引用标准

- GB 6283 化工产品水分测定 卡尔·费休法(通用方法)
GB 8571 复混肥料 实验室样品制备
GB 2444 尿素中水分的测定方法 卡尔·费休法

2 原理

存在于试样中的游离水与已知水当量的卡尔·费休试剂进行定量反应。反应式如下:



3 试剂

分析中,除另有说明,均限用分析纯试剂、蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 甲醇(GB 683—79):水含量 $\leq 0.05\%$ (m/m),如试剂含水量超过,于500ml 甲醇中加入5A 分子筛(3.4)约50g,塞上瓶塞,放置过夜,吸取上层清液使用;
3.2 二氧六环(HG B 3327—60):经脱水处理,方法同(3.1);
3.3 无水乙醇(GB 678—78):经脱水处理,方法同(4.1);
3.4 5A 分子筛:直径3~5mm 颗粒,用作干燥剂。使用前,于500℃下焙烧2h 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;
3.5 卡尔·费休试剂:按GB 6283 配制。

注:无吡啶的卡尔·费休改进试剂也可使用,其配制方法按GB 2444。

4 仪器

卡尔·费休直接电量滴定仪器按GB 6283。

5 分析步骤

5.1 卡尔·费休试剂的标定

按GB 6283 规定步骤,用二水酒石酸钠(或水)标定。

5.2 测定

按GB 8571 规定制备实验室样品。

于125ml 带盐水瓶橡皮塞的锥形瓶中,精确称取游离水含量不大于150mg 的实验室样品1.5

~2.5g,称准至0.0001g,盖上瓶塞,用注射器注入50.0ml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),摇动或振荡几分钟,静置15min,再摇动或振荡几分钟,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,用注射器经瓶塞(如青霉素瓶塞)注50ml甲醇(3.1)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1min。

用注射器从离心管中取出10.0ml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10.0ml二氧六环所消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_2)。

6 分析结果的计算

6.1 计算

游离水的百分含量 X 由下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 5 T}{10m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T}{2m}$$

式中: V_1 ——滴定10.0ml二氧六环萃取溶液所消耗的卡尔·费休试剂体积,ml;

V_2 ——滴定10.0ml二氧六环所消耗的卡尔·费休试剂体积,ml;

T ——卡尔·费休试剂的水当量,mg/ml;

m ——试样质量,g。

6.2 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果;

平行测定结果的绝对差值不大于下列规定:

水含量,%	绝对差值,%
≤ 2	0.30
> 2	0.40

附加说明:

本标准参照采用国际标准 ISO 760—78《水的测定——卡尔·费休法(通用方法)》和美国农业化学家协会标准 A. O. A. C (1984)《肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法》;

本标准由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人张玉春、王坚、赵英华。