

UDC 631.85
G 20
G 21



中华人民共和国国家标准

GB 10513—89

硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法

The determination of water content for
nitrophosphate—Karl fischer method

1989-03-22 发布

1989-12-01 实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法

UDC 631.85
: 543.2
: 546.212
GB 10513—89

The determination of water content for
nitrophosphate—Karl fischer method

1 主题内容与适用范围

本标准规定用卡尔·费休直接电量测定方法测定硝酸磷肥中游离水含量。

本标准适用于各种流程生产的硝酸磷肥中游离水含量的测定,可作为仲裁分析方法。

2 引用标准

GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)。

3 原理

存在于试样中的水分(游离水)经二氧六环或无水乙醇萃取后,利用水和卡尔·费休试剂(碘、吡啶、二氧化硫和甲醇组成的溶液)进行定量反应:

$\text{H}_2\text{O} + \text{I}_2 + \text{SO}_2 + 3\text{C}_5\text{H}_5\text{N} + \text{ROH} \longrightarrow 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{HI} + \text{C}_5\text{H}_5\text{NH} \cdot \text{OSO}_2\text{OR}$ 直接电量法测定萃取液中水分。

4 试剂和溶液

分析中,除非另有说明,限用分析纯试剂、蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 5 A 分子筛:直径3~5 mm 颗粒,作干燥剂用。使用前,于500℃下焙烧2 h,并在内装分子筛的干燥器中冷却至室温。使用过的分子筛可用水洗涤、烘干、焙烧再生后重复使用。

4.2 活性硅胶:作填充干燥剂。

4.3 甲醇(GB 683): $\text{H}_2\text{O} < 0.05\% (m/m)$,如试剂含水量超过,可于500 mL 甲醇中加入5 A 分子筛约50 g,盖上瓶盖,放置过夜,吸取上层清液使用。

4.4 碘(GB 675)。

4.5 吡啶(GB 689): $\text{H}_2\text{O} < 0.05\% (m/m)$,如试剂含水量超过,处理方法同4.3。

4.6 硫酸(GB 625)。

4.7 无水亚硫酸钠(HG 3—1078)。

4.8 二水酒石酸钠(HG 3—1101)。

4.9 1,4-二氧六环(HG 3—1529):需脱水处理,方法同4.3。

4.10 无水乙醇(GB 678):需脱水处理,方法同4.3。

4.11 二氧化硫:钢瓶装二氧化硫或硫酸分解饱和亚硫酸钠溶液制得的二氧化硫,均需脱水干燥处理。

4.12 卡尔·费休试剂:按GB 6283中4.12规定配制。

5 仪器

通常实验室用仪器及以下设备。

5.1 二氧化硫发生装置:按 GB 6283 中 4.12 中规定及其附录 D 图示装配,所用玻璃器件应经干燥处理。

5.2 直接电量滴定装置:按 GB 6283 中 5.1 规定及其附录 B 图示装配仪器,所用玻璃器件应经干燥处理,磨口接头用硅脂润滑。

5.3 离心机:医用,0~4 000 r/min。

6 分析步骤

6.1 卡尔·费休试剂的标定

于直接电量滴定装置的滴定容器中,加甲醇至淹没电极。接通电源,打开电磁搅拌器,调节仪器,滴入卡尔·费休试剂,使与容器内甲醇中的微量水反应,直到电流指针突然产生较大偏转,并保持稳定1 min。

用小玻璃管,称取 0.250 g 二水酒石酸钠,精确到 0.001 g,移去青霉素瓶塞,迅速将其加入滴定容器中,然后再称量小玻璃管,通过减差法确定加入的二水酒石酸钠质量。也可用由滴瓶加入约 0.040 g 水,称量加入滴定容器前、后滴瓶的质量。或用 10~50 μ L 的微量注射器,经青霉素瓶塞将水注入滴定容器中。

用待标定的卡尔·费休试剂滴定上述方法之一加入的已知量水,到电流计指针达到上述同样的偏斜度,并保持稳定 1 min, 记录用去卡尔·费休试剂的体积(V_1)。

6.2 试样溶液的制备

准确称取游离水含量小于或等于 150 mg 的试样 1.5~2.5 g 于干燥的 125 mL 带有盐水瓶橡皮塞的锥形瓶中, 精确到 0.001 g, 盖上瓶塞。用注射器注入 50.0 mL 1,4-二氧六环或无水乙醇, 摆动或振荡数分钟, 静置 15 min, 再摇动或振荡数分钟, 待试样稍为沉降后, 取部分试液于干燥的带有盐水瓶塞的离心试管中, 在离心机中离心分离, 吸上层清液测水分。

6.3 测定

通过排泄嘴将滴定容器中残液放完,用注射器经青霉素瓶塞注入 50.0 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,以下操作与标定卡尔·费休试剂一样,用卡尔·费休试剂滴定至电流计指针产生与标定时同样的偏斜度,并保持稳定 1 min。

用注射器从离心试管中取出 10.0 mL 萃取液, 经青霉素瓶塞注入滴定容器中, 用卡尔·费休试剂滴定至上述偏斜度, 保持稳定 1 min, 即为终点。记录所消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_2)。

用1,4-二氧六环作萃取剂时,应在三次测定后将滴定容器中残液放完,重新加入甲醇溶液,用卡尔·费休试剂滴定至同样终点,然后进行下一次测定。

6.4 空自试验

以同样方法测定 10.0 mL 1,4-二氧六环或无水乙醇所消耗卡尔·费休试剂的体积(V_3)。

7 结果的计算

7.1 卡尔·费休试剂的水当量 T , 以 mg/mL 表示, 按式(1)计算:

$$T = \frac{m_1 \times 0.156}{V_1} \text{ 或 } T = \frac{m_2}{V_1} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中： m_1 ——二水酒石酸钠的质量，g；

m_2 ——纯水的质量,g;

V_1 ——标定时,用去卡尔·费休试剂的体积,mL;

0.1566——二水酒石酸钠质量换算为水的质量系数。

7.2 游离水含量 x_3 , 以质量百分数表示, 按式(2)计算:

$$x_3 = \frac{(V_2 - V_3) \times 5 \times T}{10m} = \frac{(V_2 - V_3) \times T}{2m} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中: V_2 ——测定时,滴定 10.0 mL 试样溶液所消耗的卡尔·费休试剂的体积,mL;

V_3 ——空白试验时,滴定 10.0 mL 萃取剂所消耗的卡尔·费休试剂的体积,mL;

T——卡尔·费休试剂的水当量,mg/mL;

m—试样的质量,g。

8 允许差

8.1 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

8.2 平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

附加说明：

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会提出,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、山西化肥厂负责起草。

本标准主要起草人刘妙德、刘惟洮、何巧娟、张文伟、王黎宏、邢世兰。