温度滴定应用报告 CD-0004-11-859-012014

温度滴定法检测复合肥及其生产原料中的有效磷含量

应用领域

化肥行业

关键词

859；PO_4^{3-}；复合肥；有效磷

摘要

EDTA提取的样品中的有效磷。用859滴定仪，采用温度电极，滴定经EDTA提取的样品，Mg^{2+}先与EDTA发生吸热反应，再在有铵离子存在的条件下，Mg2+与PO_4^{3-}发生沉淀反应，发生放热反应。

Reaction: Mg^{2+} +EDTA== EDTA Mg（吸热反应）；

Mg^{2+} + NH_4^+ + PO_4^{3-} == $MgNH_4PO_4$（放热反应）

EP2与EP1的差值即为磷酸根消耗Mg^{2+}的体积。

样品

1、 复合肥样品。
2、 工业用 KH_2PO_4、$NH_4H_2PO_4$
3、 MAP 化肥：主成分 $NH_4H_2PO_4$
4、 DAP 化肥：主成分$(NH_4)_2HPO_4$

仪器

859 Titrotherm	2.859. 1010
800 Dosino	2.800.0010
配液单元 20 mL	6.3032.210
温度电极	6.9011.040
802 搅拌	2.802.0040

试剂

硝酸镁，AR

氨水：AR

氯化铵：AR

草酸钾：AR

$NaH_2PO_4.2H_2O$：AR，北京化工厂

$Na_2HPO_4.12H_2O$：GR，北京化学试剂公司

氨缓溶液：87.5 g NH_4Cl + 568 mL 氨水 made to 1000mL with deionized water

EDTA溶液：0.1mol/L

样品分析

样品预处理复合GB/T10209.2-2010的要求，使用水提取样品中的水溶性磷，使用EDTA溶液提取样品中的有效磷。

复合肥样品预处理：有效磷检测：精密称取一定质量的化肥样品粉末于 250ml 容量瓶中，加入 0.1mol/L EDTA 溶液 150mL，60℃水浴震荡提取 1h，冷却，用纯净水定容后，过滤。弃去初滤液后取 25ml 样品，加入 5mL 氨水缓冲溶液，用经标定后的 $MgCl_2$ 溶液滴定至终点。

磷酸样品：

MAP 和 DAP：按上述前处理方法震荡提取 1h 后，取 25ml 滤液于滴定杯中，电热板煮沸 5min，冷却后在进行后续步骤。

工业用 $NH_4H_2PO_4$、KH_2PO_4：水溶提取。

仪器参数

Titrant delivery rate (mL/min.)	2
Data smoothing factor (DSF)	30
Start condition pause(s)	5

结果

计算公式：

EDTA 提取法：P_2O_5(%)= 141.94452 * 0.5 * ('TET.EP{2}.VOL' - 'TET.EP{1}.VOL') * 'TET.CONC' / 'MV.Sample size'式中：

MV.Sample size：样品量，g

TET.CONC：滴定剂浓度，mol/L

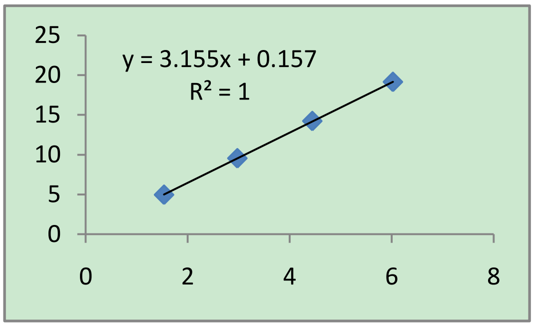
141.94452：P_2O_5 分子量;

其它提取法：P_2O_5（%）= 141.94452 * 0.5 * ('TET.EP{1}.VOL'- blank) * 'TET.CONC' / 'MV.Sample size'

滴定剂标定：

分别称量一定质量的的磷酸氢二钠基准物粉末

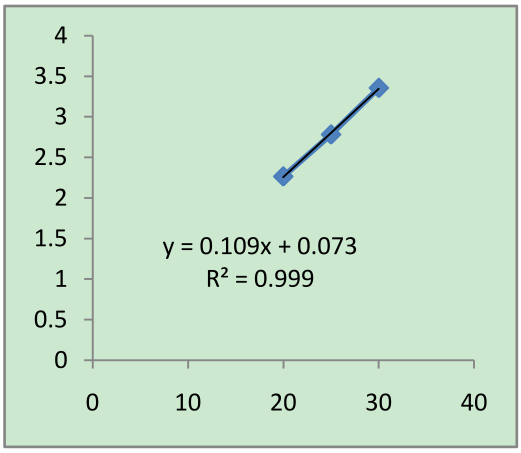
磷酸氢二钠	氯化镁
mmol	ml
1.534	4.9733
2.973	9.5500
4.444	14.2233
6.026	19.1367



$MgCl_2$ 浓度： 1/3.155=0.3170 mol/L

KH_2PO_4 样品空白

ml	ml
20	2.2633
25	2.7800
30	3.3533



Blank=0.073ml

样品检测结果： 以磷酸根计

样品	称样量，g	EP1，ml	EP2，ml	PO_4^{3-}含量，%	PO_4^{3-}平均值，%	滴定法参考值，%
粉磷	1.0193	4.9233	6.9467	44.66	44.60	44.74
	1.0358	4.8433	6.8933	44.53		
MAP1	0.9464	4.7533	6.6567	45.25	45.33	45.14
	0.9958	4.6633	6.6733	45.41		
复合肥149	2.2146	4.5833	6.2467	16.90	17.14	17.24
	2.1231	4.7533	6.3933	17.38		17.35
复合肥09	2.6403	4.3767	5.4933	9.52	9.48	9.17
	2.6403	4.3833	5.4933	9.43		9.36
复合肥154	1.8556	4.9733	6.2167	15.07	15.06	14.96
	1.6886	5.1867	6.3167	15.06		14.84

复合肥156	1.7775	4.6933	5.9167	15.48	15.35	15.11
	1.3505	5.1300	6.0433	15.22		15.30
复合肥72	2.2632	4.4367	6.0633	16.17	16.12	16.1
	2.2629	4.3667	5.9833	16.07		
复合肥123	1.9383	5.2933	6.1367	9.79	9.66	9.8
	1.8591	4.9800	5.7667	9.52		
柑橘复合肥03	2.5162	4.6800	5.7633	9.69	9.68	9.5
	2.6467	4.6400	5.7767	9.66		
柑橘复合肥06	3.0446	4.6433	5.8367	8.82	8.67	8.4
	2.5786	5.4300	6.4067	8.52		
KH_2PO_4（1）	1.1685	2.7967	——	52.44	52.35	51.8
	1.3962	3.3433	——	52.26		
$NH_4H_2PO_4$（1）	0.9057	2.5400	——	60.61	60.74	60.6
	0.9276	2.6100	——	60.88		
$NH_4H_2PO_4$（2）	1.0500	2.5267	——	52.00	52.14	51.9
	0.9653	2.3433	——	52.29		
KH_2PO_4（2）	1.3202	3.1300	——	51.64	51.64	51.4
	1.1634	2.7700	——	51.63		
DAP	0.7921	4.9500	6.5267	44.78	44.67	44.3
	0.7921	4.9677	6.5233	44.56		
MAP2	0.9612	4.0167	5.9067	44.24	44.27	44.55
	0.9612	4.0200	5.9133	44.30		
MAP3	1.0001	4.7700	6.6600	42.52	——	——
MAP4	1.0511	4.6433	6.7067	44.16		

报告人

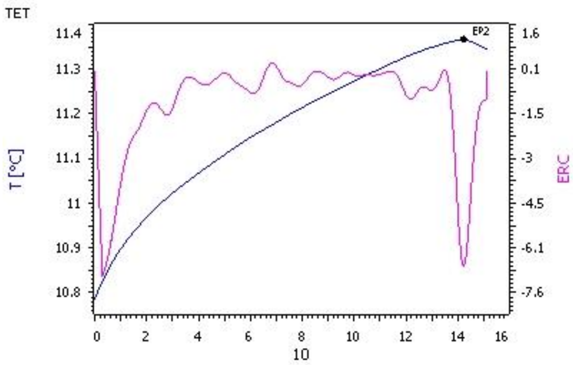
CCLab 孙焕

日期

2014-01-25

附录:

MgCl2 标定曲线



MAP1 样品滴定曲线