



中华人民共和国国家标准

GB/T 20412—2021

代替 GB/T 20412—2006

钙 镁 磷 肥

Fused calcium magnesium phosphate fertilizer

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施



国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 20412—2006《钙镁磷肥》，与 GB/T 20412—2006 相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了颗粒状产品类型，及其粒度、颗粒平均抗压碎力和溶散率指标（见 4.3）和试验方法（见 6.10、6.11、6.12）；
- 更改了碱分指标名称和数值（见 4.2 和 4.3，2006 年版的 3.2）；
- 增加了有效镁含量、可溶性硅含量指标（见 4.2 和 4.3）和等离子体发射光谱法（ICP-OES）测定有效钙、有效镁、可溶性硅的试验方法（见 6.6.2、6.7.2、6.8.2）；
- 增加了产品中有毒有害物质的限量要求（见 4.4）；
- 增加了流动分析仪法测定有效五氧化二磷含量（见 6.4.3）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会磷复肥分技术委员会（SAC/TC 105/SC 3）归口。

本文件起草单位：郑州大学、上海化工研究院有限公司、湖北富邦科技股份有限公司、宣威市恒邦磷化工业有限公司、中国磷复肥工业协会、郑州富谊联科技有限公司、云南省产品质量监督检验研究院、上海寰球工程有限公司、上海化工院检测有限公司。

本文件主要起草人：董学胜、侯翠红、王仁宗、杨应宝、修学峰、王好斌、王艳语、他德洪、周志斌、蔡昌礼、陈蕾、孙倩、张强、张慧、刘裕、凡中文。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2006 年首次发布为 GB/T 20412—2006；
- 本次为第一次修订。

钙 镁 磷 肥

1 范围

本文件规定了钙镁磷肥的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本文件适用于以磷矿石与含镁、硅的矿石,经高温熔融、水淬、干燥等工序所制得的含有磷、钙、镁、硅等营养元素的碱性玻璃态肥料,以及在生产中加入助剂造粒成球的颗粒状产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8569 固体化学肥料包装

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求

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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

溶散率 dissolution rate

颗粒状产品在一定时间内溶解分散于静水中的程度。

4 要求

4.1 外观为粉状或砂状或颗粒状,无机械杂质。

4.2 粉状或砂状钙镁磷肥的技术指标应符合表1要求,同时应符合标明值。

表 1 粉状或砂状钙镁磷肥的技术指标

项目		指标		
		I 型	II 型	III 型
有效五氧化二磷(P ₂ O ₅)/%	≥	18.0	15.0	12.0
水分(H ₂ O)/%	≤	0.5		
有效钙(Ca)/%	≥	20.0		
有效镁(Mg)/%	≥	6.0	5.0	4.0
可溶性硅(SiO ₂)/%	≥	20.0		
细度 ^a (通过 0.25 mm 试验筛)/%	≥	80		
注：产品按肥料合理施用原则和满足不同养分配比的复合肥料生产需求分为 I 型、II 型和 III 型。				
^a 砂状产品细度指标不做要求，其粒度由供需双方合同约定。				

4.3 颗粒状钙镁磷肥的技术指标应符合表 2 要求，同时应符合标明值。

表 2 颗粒状钙镁磷肥的技术指标

项目	指标		
	I 型	II 型	III 型
有效五氧化二磷(P ₂ O ₅)/%	≥17.0	14.0	11.0
水分(H ₂ O)/%	≤	1.0	
有效钙(Ca)/%	≥	19.5	
有效镁(Mg)/%	≥6.0	5.0	4.0
可溶性硅(SiO ₂)/%	≥	19.0	
粒度 ^a (2.00 mm ~ 4.75 mm)/%	≥	90	
颗粒平均抗压碎力/N	≥	15	
溶散率/%	≥	85	
注：产品按肥料合理施用原则和满足不同养分配比的复合肥料生产需求分为 I 型、II 型和 III 型。			
^a 粒度也可按供需双方合同约定的指标执行。			

4.4 产品中有毒有害物质的限量按 GB 38400 的要求执行。

5 取样

5.1 合并样品的采取

5.1.1 袋装产品

每批产品总袋数不超过 512 袋时，按表 3 确定最少取样袋数；每批产品总袋数大于 512 袋时，按式 (1) 计算结果确定最少取样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N}$$
 (1)

式中：

n —— 最少取样袋数；

N ——每批产品总袋数。

表 3 最少采样袋数的确定

每批产品总袋数	最少取样袋数	每批产品总袋数	最少取样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

按表 3 或式(1)计算结果随机抽取一定袋数,用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处,每袋取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

5.1.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行。

5.2 样品缩分

将采取的样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至约 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中(生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品),密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、类型、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名,一瓶做产品检验,另一瓶保存两个月,以备查用。

5.3 试样制备

将 5.2 中的一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g,用研磨器或研钵迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,做成分分析。研磨过程要迅速,以免在研磨过程中失水或吸湿,并要防止样品过热。余下实验室样品供外观、粒度测定、颗粒平均抗碎力和溶散率测定用。

6 试验方法

警告——下列的部分试剂有毒、具有腐蚀性,试验人员应进行适当防护。本文件并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

6.1 一般说明

除外观、细度、粒度、颗粒平均抗压碎力和溶散率外,均做两份试料的平行测定。除非另有说明,在分析中使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,本文件中所用试剂的配制,在未标明配制方法时,按 HG/T 2843 进行。

6.2 外观

使用 5.2 中的样品,目测。

6.3 试样溶液的制备

6.3.1 试剂或材料

6.3.1.1 柠檬酸溶液:20 g/L,pH 值约为 2.1。

6.3.1.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$ 。

6.3.2 仪器设备

6.3.2.1 通常实验室仪器。

6.3.2.2 恒温水浴振荡器:能控制温度在 $28\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的往复式振荡器或回旋式振荡器。

6.3.2.3 电热板:功率为 $1.8\text{ kW}\sim 2.4\text{ kW}$ 。

6.3.3 测定磷含量试样溶液的制备

称取 1 g 按 5.3 制备的试样(精确至 0.000 1 g),用滤纸包裹试料,塞入干燥的 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 $28\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的柠檬酸溶液,塞紧瓶塞,摇动容量瓶使滤纸破碎,试料分散于溶液中,保持溶液温度在 $28\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间,置于振荡器上振荡 1 h(振荡频率以容量瓶内试料能自由翻动即可),然后取出容量瓶,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液供测定磷含量用。

6.3.4 测定钙、镁、硅含量试样溶液的制备

称取 1 g 按 5.3 制备的试样(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 $28\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的盐酸溶液,塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散于溶液中,保持溶液温度在 $28\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间,置于振荡器上振荡 30 min(振荡频率以容量瓶内试料能自由翻动即可),然后取出容量瓶,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液供测定钙、镁、硅含量用。

6.3.5 空白溶液的制备

除不加试料外,其他步骤同 6.3.3 或 6.3.4。

6.4 有效五氧化二磷含量

6.4.1 磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)

6.4.1.1 原理

含磷溶液中的正磷酸根离子,在酸性介质中和喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥和称量所得沉淀。

6.4.1.2 试剂或材料

6.4.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.4.1.2.2 喹钼柠酮试剂。

6.4.1.3 仪器设备

6.4.1.3.1 通常实验室仪器。

6.4.1.3.2 玻璃坩埚式滤器:4 号,容积 30 mL。

6.4.1.3.3 恒温干燥箱:能控制温度 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.1.4 试验步骤

6.4.1.4.1 试样溶液的测定

准确吸取一定量(含有 10 mg~20 mg 五氧化二磷)的试样溶液(6.3.3)于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。在电炉上加热至沸,取下,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1 min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温,冷却过程转动烧杯 3 次~4 次。

用预先在 180 °C±2 °C 干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器过滤,先将上层清液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀 1 次~2 次,每次约用 25 mL 水,将沉淀移入过滤器中,再用水洗涤,所用水共 125 mL~150 mL,将沉淀连同过滤器置于 180 °C±2 °C 干燥箱中,待温度达到 180 °C 后,干燥 45 min,取出移入干燥器中冷却 30 min,称量。

6.4.1.4.2 空白试验

与试样测定的同时,采用完全相同的试剂、用量和试验步骤,进行平行测定。

6.4.1.5 试验数据处理

有效五氧化二磷含量 w_1 ,以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_{01} \times V_{01} / 250} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - m_2) \times 801.75}{m_{01} V_{01}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——测定试样时所得磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——空白试验时,所得磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);
- 0.032 07 ——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;
- m_{01} ——试料质量的数值,单位为克(g);
- V_{01} ——吸取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.4.1.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6.4.2 磷钼酸喹啉容量法

6.4.2.1 原理

含磷溶液中的正磷酸根离子,在酸性介质中和喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,洗去所吸附酸液后,用过量的氢氧化钠标准滴定溶液溶解沉淀,再用盐酸标准滴定溶液返滴定。

6.4.2.2 试剂或材料

6.4.2.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.4.2.2.2 喹钼柠酮试剂。

6.4.2.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5\ \text{mol/L}$ 。

6.4.2.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.25\ \text{mol/L}$ 。

6.4.2.2.5 百里香酚蓝-酚酞混合指示液。

6.4.2.2.6 不含二氧化碳的水。

6.4.2.3 仪器设备

通常实验室仪器和设备。

6.4.2.4 试验步骤

6.4.2.4.1 试验溶液的测定

准确吸取一定量(含有 10 mg~20 mg 五氧化二磷)的试样溶液(6.3.3)于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。在电炉上加热至沸,取下,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1 min,或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温,冷却过程转动烧杯 3 次~4 次。

用中速滤纸或脱脂棉先将上层清液滤完,然后以倾泻法洗涤沉淀 3 次~4 次,每次约用 25 mL 水,将沉淀移到滤器中,继续用不含二氧化碳的水洗涤至滤液无酸性(取约 20 mL 滤液,加 1 滴混合指示剂和 2 滴~3 滴氢氧化钠标准滴定溶液,所呈颜色与处理同体积的蒸馏水所呈的颜色相近为止)。将沉淀连同滤纸或脱脂棉转移到原烧杯中,用不含二氧化碳的水洗涤漏斗,将洗涤液全部转移至烧杯中,用滴定管或单标线吸管加入氢氧化钠标准滴定溶液,充分搅拌至沉淀全部溶解,再加入约 10 mL 氢氧化钠标准滴定溶液,加 100 mL 不含二氧化碳的水,搅匀,加 5 滴混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色经灰蓝色变为微黄色为终点。

6.4.2.4.2 空白试验

与试样测定的同时,采用完全相同的试剂、用量和试验步骤,进行平行测定。

6.4.2.5 试验数据处理

有效五氧化二磷含量 w_2 ,以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 2.730}{1\,000 \times m_{01} \times V_{02}/250} \times 100$$

$$= \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 68.25}{m_{01} V_{02}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_3 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 ——盐酸标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——试样溶液消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_4 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 2.730 —— $1/52$ 五氧化二磷(P_2O_5)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- m_{01} ——试样质量的数值,单位为克(g);
- V_{02} ——所取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.4.2.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6.4.3 流动分析仪法

按 6.3.3 制备试样溶液,按 GB/T 22923 测定。

6.5 水分

6.5.1 原理

在一定温度的电热恒温干燥箱内,试料在规定时间内干燥,失去的质量表示为水分。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 通常实验室仪器。

6.5.2.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.5.2.3 带磨口塞称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm。

6.5.3 试验步骤

称取 10 g 按 5.3 制备的试样(精确至 0.000 1 g),置于预先在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中,将称量瓶盖盖子稍微打开、放入电热恒温干燥箱中。待温度达到 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时继续干燥 20 min 取出,将称量瓶盖盖上,在干燥器中冷却 30 min,称量。

6.5.4 试验数据处理

水分 w_3 ,以水(H_2O)的质量分数计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_{02} - m_5}{m_{02}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_{02} ——干燥前试料质量的数值,单位为克(g);

m_5 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.5.5 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.25%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6.6 有效钙含量

6.6.1 乙二胺四乙酸二钠容量法(仲裁法)

6.6.1.1 原理

用三乙醇胺、乙二胺、盐酸羟胺和淀粉溶液消除干扰离子的影响,在 pH 值 12~13 条件下,镁以氢氧化镁形式沉淀,以钙黄绿素为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液配位滴定,根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的消耗量求得有效钙含量。

6.6.1.2 试剂或材料

6.6.1.2.1 盐酸羟胺。

6.6.1.2.2 乙二胺。

6.6.1.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

6.6.1.2.4 氢氧化钾溶液:200 g/L。

6.6.1.2.5 淀粉溶液:10 g/L。称取 1 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中,加 5 mL 水润湿,加 95 mL 沸水搅拌,煮沸,冷却备用。

6.6.1.2.6 氨-氯化铵缓冲溶液:pH≈10。

6.6.1.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02\text{ mol/L}$ 。

6.6.1.2.8 孔雀石绿指示液:1 g/L。

6.6.1.2.9 钙黄绿素-甲基百里香草酚蓝指示剂(简称钙黄绿素指示剂):0.10 g 钙黄绿素与 0.10 g 甲基麝香草酚蓝(或甲基百里香草酚蓝)与 0.03 g 百里香草酚酞、5 g 氯化钾研细混匀,贮存于磨口瓶中备用。

6.6.1.3 仪器设备

通常实验室仪器和设备。

6.6.1.4 试验步骤

6.6.1.4.1 试样溶液的测定

准确吸取一定量(以 Ca 计 10 mg~15 mg)的试样溶液(6.3.4)于锥形瓶中,加水 50 mL,加淀粉溶液 10 mL、三乙醇胺溶液 8 mL,乙二胺 1 mL、1 滴孔雀石绿指示液,滴加氢氧化钾溶液至无色,再过量 10 mL,加 0.1 g 盐酸羟胺(每加一种试剂都应摇匀)加钙黄绿素指示剂 0.1 g~0.3 g,在黑色背景下立即用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失呈现紫红色为滴定终点。

6.6.1.4.2 空白试验

与试样测定的同时,采用完全相同的试剂、用量和试验步骤,进行平行测定。

6.6.1.5 试验数据处理

有效钙含量 w_5 ,以钙(Ca)的质量分数计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$\begin{aligned} w_5 &= \frac{c_3(V_5 - V_6) \times 40.08}{1\,000 \times m_{03} \times V_{04}/250} \times 100 \\ &= \frac{c_3(V_5 - V_6) \times 1\,002}{m_{03} \times V_{04}} \end{aligned} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- c_3 —— EDTA 标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_5 —— 试样溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_6 —— 空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 40.08 —— 钙(Ca)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- m_{03} —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- V_{04} —— 吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250 —— 试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.6.1.6 精密度

- 平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。
- 不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6.6.2 等离子体发射光谱法(ICP-OES)

6.6.2.1 原理

试样溶液中的钙在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有

特征波长的电磁辐射,辐射强度与钙原子浓度成正比。

6.6.2.2 试剂或材料

- 6.6.2.2.1 水,GB/T 6682,二级。
- 6.6.2.2.2 钙标准溶液: $\rho(\text{Ca}) = 1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。
- 6.6.2.2.3 高纯氩气。
- 6.6.2.2.4 硝酸溶液:2%。

6.6.2.3 仪器设备

- 6.6.2.3.1 通常实验室仪器。
- 6.6.2.3.2 等离子体发射光谱仪。

6.6.2.4 试验步骤

6.6.2.4.1 工作曲线的绘制

分别吸取钙标准溶液(6.6.2.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液定容,混匀。此系列标准溶液钙的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 317.933 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液钙的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

6.6.2.4.2 测定

将试样溶液(6.3.4)直接或稀释一定倍数后,在与测定系列标准溶液相同的条件下,测得钙的发射强度,在工作曲线上查出相应钙的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

6.6.2.4.3 空白试验

与试样测定的同时,采用完全相同的试剂、用量和试验步骤,进行平行测定。

6.6.2.5 试验数据处理

有效钙含量 w_6 ,以钙(Ca)的质量分数计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m_{03} \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- ρ ——由工作曲线查出的试样溶液钙的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中钙的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 250——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m_{03} ——试料质量的数值,单位为克(g);
- 10^6 ——将克换算成微克的系数。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.6.2.6 精密度

平行测定结果的相对相差应不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差应不大于 30%。

当测定结果小于 0.15% 时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

注:相对相差为两个测量结果的绝对差值与其平均值。

6.7 有效镁含量

6.7.1 乙二胺四乙酸二钠容量法(仲裁法)

6.7.1.1 原理

在含有柠檬酸的溶液中,用乙二醇-双(α -氨基乙基醚)-四乙酸(EGTA)配位钙离子,在 pH>12 的强碱性溶液中,用三乙醇胺掩蔽铁、铝和锰,并使生成的氢氧化镁沉淀分离,沉淀溶解后,在 pH $\approx$ 10 的溶液中,以铬黑 T 为指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定,根据乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液消耗量求得有效镁含量。

6.7.1.2 试剂或材料

6.7.1.2.1 抗坏血酸。

6.7.1.2.2 乙二醇-双(α -氨基乙基醚)四乙酸(EGTA)溶液:70 g/L。

6.7.1.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

6.7.1.2.4 氢氧化钠溶液:200 g/L。

6.7.1.2.5 氢氧化钠溶液:20 g/L。

6.7.1.2.6 盐酸溶液:1+9。

6.7.1.2.7 氨水溶液:1+4。

6.7.1.2.8 氨-氯化铵缓冲溶液:pH $\approx$ 10。

6.7.1.2.9 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.7.1.2.10 甲基红指示液:1 g/L。

6.7.1.2.11 孔雀绿指示液:1 g/L。

6.7.1.2.12 铬黑 T 指示液:5 g/L。

6.7.1.3 仪器设备

6.7.1.3.1 通常实验室用仪器。

6.7.1.3.2 快速滤纸。

6.7.1.4 试验步骤

吸取一定量(含有 9 mg~15 mg 镁)的试样溶液(6.3.4)于 300 mL 烧杯中,加 5 mL EGTA 溶液,用水稀释至 100 mL。加 30 mL 三乙醇胺溶液,搅拌混匀,加入 2 滴孔雀绿指示液,用 200 g/L 氢氧化钠溶液(6.7.1.2.4)中和至溶液为无色,再过量 3 mL。加热至 80℃ 左右,此时沉淀凝聚成块,趁热以快速滤纸过滤,用热的 20 g/L 氢氧化钠溶液(6.7.1.2.5)洗涤烧杯和沉淀各 3 次,然后用约 20 mL 热的盐酸溶液分数次将沉淀溶解于原烧杯中,再用热水洗涤滤纸 6 次~8 次,并稀释至 150 mL。

于烧杯中加 1 滴甲基红指示液,用氨水溶液中和至溶液呈黄色(pH $\approx$ 6),加 0.1 g 抗坏血酸和 5 mL 三乙醇胺溶液,10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 5 滴铬黑 T 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至红色消失,完全变为纯蓝色时为终点。

6.7.1.5 试验数据处理

有效镁(Mg)含量 w_7 ,以镁(Mg)的质量分数计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{c_4 V_7 \times 24.31}{1\,000 \times m_{03} \times V_{05}/250} \times 100$$

$$= \frac{c_4 V_7 \times 607.77}{m_{03} V_{05}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：
 c_4 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
 V_7 ——试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
24.31——镁(Mg)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)；
 m_{03} ——试料质量的数值，单位为克(g)；
 V_{05} ——所取试样溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
250 ——试样溶液总体积的数值，单位为毫升(mL)。
计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.7.1.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.25%。
不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6.7.2 等离子体发射光谱法(ICP-OES)

6.7.2.1 原理

试样溶液中的镁在 ICP 光源中原子化并激发至高能态，处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射，辐射强度与镁原子浓度成正比。

6.7.2.2 试剂或材料

- 6.7.2.2.1 水,GB/T 6682,二级。
- 6.7.2.2.2 镁标准溶液： $\rho(\text{Mg})=1\,000\,\mu\text{g/mL}$ 。
- 6.7.2.2.3 硝酸溶液：2%。
- 6.7.2.2.4 高纯氩气。

6.7.2.3 仪器设备

- 6.7.2.3.1 通常实验室仪器。
- 6.7.2.3.2 等离子体发射光谱仪。

6.7.2.4 试验步骤

6.7.2.4.1 工作曲线的绘制

分别吸取镁标准溶液(6.7.2.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、8.00 mL 于七个 100 mL 容量瓶中用 2% 硝酸溶液定容、混匀。此标准系列镁的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 。
测定前，根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化，然后用等离子体发射光谱仪在波长 285.213 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液镁的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.7.2.4.2 测定

试样溶液(6.3.4)直接或适当稀释后，在与测定标准系列溶液相同的条件下，测得镁的辐射强度，在

工作曲线上查出相应镁的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

6.7.2.4.3 空白试验

与试样测定的同时,采用完全相同的试剂、用量和试验步骤,进行平行测定。

6.7.2.5 试验数据处理

有效镁(Mg)含量 w_8 ,以镁(Mg)的质量分数计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(\rho_1 - \rho_2)D \times 250}{m_{03} \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

ρ_1 ——由工作曲线查出的试样溶液镁的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 ——由工作曲线查出的空白溶液中镁的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_{03} ——试料的质量,单位为克(g);

10^6 ——将克换算成微克的系数。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.7.2.6 精密度

平行测定结果的相对相差应不大于10%。

不同实验室测定结果的相对相差应不大于30%。

当测定结果小于0.15%时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

注:相对相差为两个测量结果的绝对差值与其平均值。

6.8 可溶性硅含量

6.8.1 氟硅酸钾容量法(仲裁法)

6.8.1.1 原理

在酸性溶液中,可溶性硅与氟化钾生成氟硅酸钾沉淀,沉淀在沸水中水解释放出氟化氢,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。生成的正硅酸离解度很小,不以酸的形式参与滴定。

6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 氯化钾。

6.8.1.2.2 硝酸。

6.8.1.2.3 过氧化氢。

6.8.1.2.4 乙醇:95%。

6.8.1.2.5 氟化钾溶液:58 g/L。

6.8.1.2.6 氯化钾乙醇溶液:50 g/L。

6.8.1.2.7 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.8.1.2.8 溴百里香酚蓝-苯酚红混合指示液。

6.8.1.3 仪器设备

6.8.1.3.1 通常实验室仪器。

6.8.1.3.2 聚乙烯烧杯:250 mL。

6.8.1.3.3 聚乙烯漏斗。

6.8.1.3.4 聚乙烯搅拌棒。

6.8.1.3.5 快速滤纸。

6.8.1.4 试验步骤

6.8.1.4.1 试样溶液的测定

吸取一定量(含有 30 mg~50 mg 二氧化硅)的试样溶液(6.3.4)于 250 mL 聚乙烯烧杯中,加水至 40 mL,加 2 g 氯化钾,10 mL 硝酸,用聚乙烯棒搅拌至大部分氯化钾溶解,加 2 mL 过氧化氢,搅拌至氯化钾全部溶解。边搅拌边加入 8 mL 氟化钾溶液,在 15 °C 以下放置 10 min。用快速滤纸在聚乙烯漏斗上过滤,用氯化钾乙醇溶液洗涤烧杯和滤纸各三次,每次约 5 mL。将沉淀连同滤纸移入原烧杯中,加 8 mL 95%乙醇淋洗杯壁,再加 1 mL 混合指示液,一边用聚乙烯棒将滤纸捣碎,一边用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色褪去呈稳定的蓝紫色为止(需反复用捣碎的滤纸擦洗烧杯壁),不记读数。在烧杯中放入 150 mL 沸水,放入沸水浴中水解,并立即以氢氧化钠标准滴定溶液再滴定至黄色褪去呈浅紫色为终点。记下所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积。

6.8.1.4.2 空白试验

与试样测定的同时,采用完全相同的试剂、用量和试验步骤,进行平行测定。

6.8.1.5 试验数据处理

可溶性硅含量 w_9 ,以二氧化硅(SiO_2)的质量分数计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{c_5(V_8 - V_9) \times 15.02}{1\,000 \times m_{03} \times V_{06} / 250} \times 100$$

$$= \frac{c_5(V_8 - V_9) \times 375.5}{m_{03} V_{06}} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

c_5 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_8 ——试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_9 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

15.02——1/4 硅(SiO_2)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_{03} ——试料的质量,单位为克(g);

V_{06} ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.8.1.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.35%。

6.8.2 等离子体发射光谱法(ICP-OES)

6.8.2.1 原理

试样溶液中的硅在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与硅原子浓度成正比。

6.8.2.2 试剂或材料

6.8.2.2.1 水, GB/T 6682, 二级。

6.8.2.2.2 硅标准溶液: $\rho(\text{Si}) = 1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

6.8.2.2.3 高纯氩气。

6.8.2.3 仪器设备

6.8.2.3.1 通常实验室仪器。

6.8.2.3.2 等离子体发射光谱仪。

6.8.2.4 试验步骤

6.8.2.4.1 工作曲线的绘制

分别吸取硅标准溶液(6.8.2.2.2) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中, 用水定容, 混匀。此系列标准溶液中硅的质量浓度依次为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。测定前, 根据待测元素性质和仪器性能, 进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后, 用等离子体发射光谱仪在波长 251. 611 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以系列标准溶液中硅的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标, 相应的辐射强度为纵坐标, 绘制工作曲线。

6.8.2.4.2 测定

将试样溶液(6.3.4)直接或用水稀释一定倍数后, 在与测定标准系列溶液相同的条件下, 测得硅的辐射强度, 在工作曲线上查出相应硅的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

6.8.2.4.3 空白试验

与试样测定的同时, 采用完全相同的试剂、用量和试验步骤, 进行平行测定。

6.8.2.5 试验数据处理

可溶性硅含量 w_{10} , 以二氧化硅(SiO_2)的质量分数计, 数值以%表示, 按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{(\rho_3 - \rho_4)D \times 250 \times 2.139}{m_{03} \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- ρ_3 ——由工作曲线查出的试样溶液硅的质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_4 ——由工作曲线查出的空白溶液中硅的质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 250 ——试样溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- 2.139 ——将硅(Si)折算成二氧化硅(SiO_2)的系数;
- m_{03} ——试料的质量, 单位为克(g);
- 10^6 ——将克换算成微克的系数。

计算结果表示到小数点后两位, 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.8.2.6 精密度

平行测定结果的相对相差应不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差应不大于 30%。

当测定结果小于 0.15% 时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

注:相对相差为两个测量结果的绝对差值与其平均值。

6.9 细度(粉状产品)

6.9.1 原理

用筛分的方法计算试样通过规定筛孔的质量分数。

6.9.2 仪器设备

6.9.2.1 试验筛:孔径 0.25 mm,应符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列的要求、另附筛盖和底盘。

6.9.2.2 天平:感量 0.5 g。

6.9.2.3 电动振筛机。

6.9.3 试验步骤

将孔径 0.25 mm 的试验筛放在底盘上,称取 5.2 中的样品约 100 g(精确至 0.5 g),置于试验筛上,盖好筛盖,置于振筛机上夹紧,振荡 10 min,或进行人工振荡(仲裁时必须用振筛机)。然后将试验筛上残留物用毛刷刷扫在表面皿上,称量。

6.9.4 试验数据处理

细度 w_{11} ,以通过 0.25 mm 试验筛的试料占全部试料的质量分数计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{m_{04} - m_6}{m_{04}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_{04} —— 试料质量的数值,单位为克(g);

m_6 —— 筛上残留试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

6.10 粒度(颗粒状产品)

用 5.2 中的样品,按 GB/T 24891 进行,选用孔径为 2.00 mm、4.75 mm 的试验筛。

6.11 平均抗压碎力(颗粒状产品)

6.11.1 原理

使用颗粒强度测定仪,测定一定颗粒产品的颗粒抗压碎力,以其平均值表示。

6.11.2 仪器设备

6.11.2.1 颗粒强度测定仪:量程 0.0 N~300.0 N。

6.11.2.2 镊子。

6.11.3 试验步骤

使用 5.2 中的样品进行测定,测定时实验室相对湿度应小于 70%。任意选取处于 2.80 mm~4.00 mm 孔径筛间 30 粒试料,用颗粒强度测定仪逐个测定颗粒的抗压碎力。

6.11.4 试验数据处理

颗粒平均抗压碎力(F),按式(12)计算:

$$F = \frac{\sum_{i=1}^{30} F_i}{30} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

F_i ——每个颗粒试样的抗压碎力,单位为牛顿(N)。

计算结果表示至小数点后一位。

6.12 溶散率(颗粒状产品)

6.12.1 原理

取一定量颗粒状钙镁磷肥样品,在室温下在静水中浸泡 10 min,称量未通过 1.00 mm 试验筛的试料质量,计算溶散率。

6.12.2 仪器设备

6.12.2.1 实验室常用仪器和设备。

6.12.2.2 试验筛:孔径 1.00 mm,筛框直径 100 mm。

6.12.2.3 水槽:直径 200 mm 的圆形或任意边长不小于 200 mm 的方形,可容水深度不低于 30 mm。

6.12.2.4 电热恒温干燥箱:能控制温度在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.12.3 试验步骤

取约 5 g 的 5.2 中的样品,于干燥器中放置 30 min,称量(精确到 0.01 g),质量记为 m_{05} ,使其均匀分布在 1.00 mm 试验筛上,并使其全部在筛网的区域,置于水槽中(水深约 30 mm),并使水面淹没过试料表面;静置 10 min,轻轻上下提起试验筛 3 次~5 次,使溶散的试料通过筛孔;将试验筛连同其上残留试料放在适当大小的洁净托盘中,再置于 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 30 min,取出置于干燥器中冷却至室温,将试验筛中的试样全部转移至预先在天平上去皮的称量瓶中(或称量纸上),称取其质量,记为 m_7 。

6.12.4 试验数据处理

颗粒状产品的溶散率 w_{12} 以质量分数计,数值以 % 表示,按式(13)计算:

$$w_{12} = \frac{m_{05} - m_7}{m_{05}} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中:

m_{05} ——试料质量的数值,单位为克(g);

m_7 ——试验筛上残留试料烘干后质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

6.13 产品定性鉴别

见附录 A。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。粉状或砂状产品的出厂检验项目应包括 4.1 和 4.2 规定的项

目,型式检验项目应包括 4.1、4.2 和 4.4 规定的项目;颗粒状产品的出厂检验项目应包括 4.1 和 4.3 规定的项目,型式检验项目应包括 4.1、4.3 和 4.4 规定的项目。在有下列情况之一时应进行型式检验:

- 正式生产后,如原材料、工艺有较大改变,可能影响产品质量指标时;
- 正常生产时,定期或积累到一定量后进行,每两年至少检验 1 次;
- 长期停产后恢复生产时;
- 政府监管部门提出型式检验要求时。

7.2 组批

产品按批检验,以一天或两天的产量为一批,最大批量为 300 t。

7.3 结果判定

7.3.1 本文件中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”。

7.3.2 生产企业应按本文件要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本文件要求时,判该批产品合格。

7.3.3 生产企业进行的出厂检验或型式检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时,应重新自同批次两倍量的包装容器中采取样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本文件要求,判该批产品不合格。

8 标识和质量证明书

8.1 应在包装容器上标明产品名称、类型、主要养分含量:有效五氧化二磷(P_2O_5)含量、有效钙(Ca)含量、有效镁(Mg)含量、可溶性硅(SiO_2)含量。

8.2 若在产品包装上标明本文件要求之外的肥料添加物应在包装容器上标明添加物名称、作用、含量及相应的检测方法标准。

8.3 养分含量的标注应以总物料为基础标注,不得将包装容器内的物料拆分分别标注。

8.4 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

8.5 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品类型、产品净含量、第 4 章规定的相应产品、类别的主要指标含量、生产许可证标记和编号、本文件号,以及法律法规规定应标注的内容。非出厂检验项目标注最近一次型式检验时的检测结果。

8.6 其余按 GB 18382 的规定执行。

9 包装、运输和贮存

9.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装。包装规格为 50 kg、40 kg、25 kg,每袋净含量允许范围分别为 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ 、 $40\text{ kg} \pm 0.4\text{ kg}$ 、 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$,每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。也可使用供需双方合同约定的其他包装规格。

9.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时,应与原物料混合均匀,不应以小包装形式放入包装袋中。

9.3 在符合 GB/T 8569 规定的前提下,宜使用经济实用型包装。

9.4 产品应贮存于阴凉干燥处,包装件堆置高度应不大于 7 m。在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。

附录 A

(资料性)

钙镁磷肥的定性鉴别 X 射线衍射光谱法

A.1 方法提要

钙镁磷肥是一种经高温熔融后用水急冷得到的碱性玻璃态肥料,玻璃态是介于结晶态和无定形态之间的一种物质状态。为判别产品是否由高温熔融工艺所制得,需对产品的物质形态进行鉴别。采用 X 射线衍射图谱鉴别物质的结构,不同的结晶物质(矿物质)对应特定的特征衍射峰,玻璃态物质没有特征衍射峰。

A.2 仪器和设备

A.2.1 实验室常用仪器和设备。

A.2.2 X 射线衍射光谱仪(XRD):可用于粉末材料测试的通用型号。

A.3 测试步骤

取适量钙镁磷肥样品,研磨至通过孔径为 0.045 mm 的试验筛,然后按仪器测试程序操作,得到 X 射线衍射图谱。

A.4 结果判定

X 射线衍射图谱如图 A.1、图 A.2(没有特征峰),该物质为玻璃态,判定为钙镁磷肥产品,X 射线衍射图谱如图 A.3、图 A.4(有特征峰),为非玻璃态,判定为非钙镁磷肥产品。

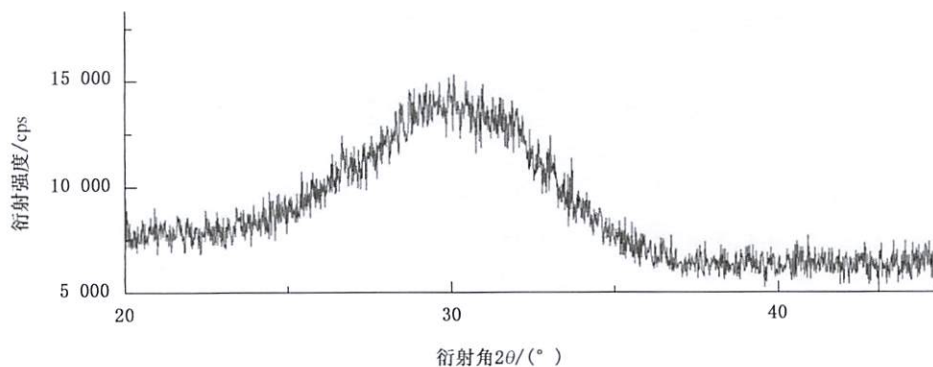


图 A.1 钙镁磷肥样品 S1 的 X 射线衍射图谱形状

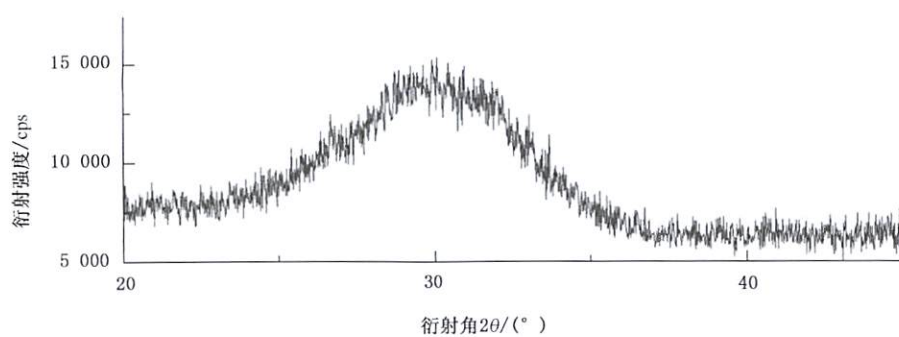


图 A.2 钙镁磷肥样品 S2 的 X 射线衍射图谱形状

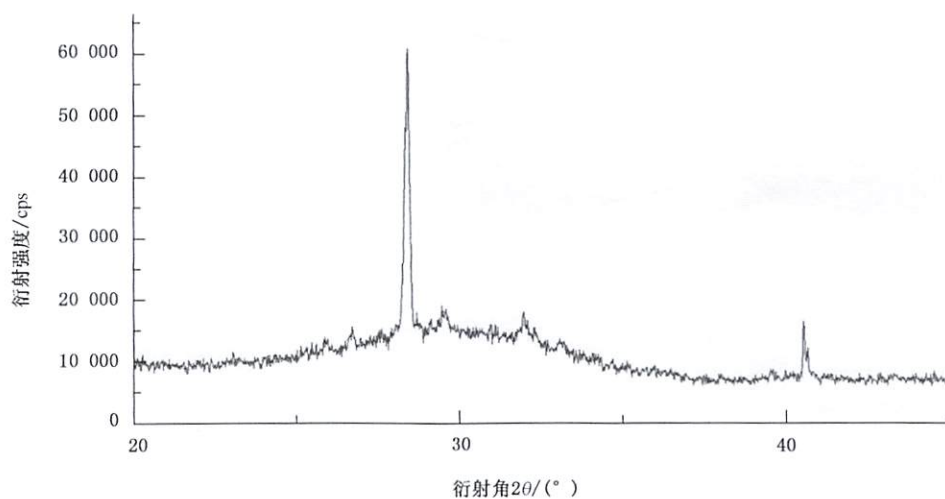


图 A.3 非钙镁磷肥样品 F1 的 X 射线衍射图谱形状

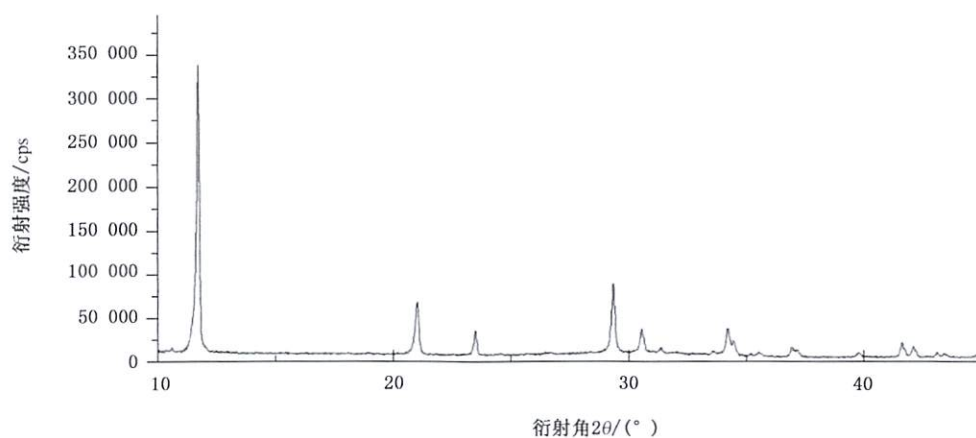


图 A.4 非钙镁磷肥样品 F2 的 X 射线衍射图谱形状

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钙 镁 磷 肥
GB/T 20412—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

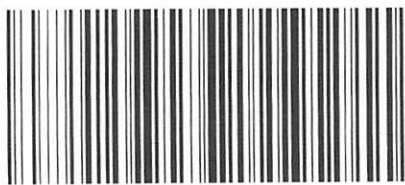
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 42 千字
2021年10月第一版 2021年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-68395 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 20412-2021



码上扫一扫 正版服务到