

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3036—2016

肥料和土壤调理剂 水分含量、粒度、细度的测定

Fertilizers and soil amendments—
Determination of moisture content and particle sizes

2016-12-23 发布

2017-04-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、中国农学会、中国植物营养与肥料学会、土壤肥料产业联盟。

本标准主要起草人：孙蓓锋、刘蜜、保万魁、韩岩松、林茵。

肥料和土壤调理剂 水分含量、粒度、细度的测定

1 范围

本标准规定了肥料和土壤调理剂真空烘箱法、烘箱法、卡尔·费休法测定水分(游离水)含量的试验方法,以及试验筛重量法测定固体肥料和土壤调理剂粒度、细度的试验方法。

真空烘箱法适用于测定固体肥料和土壤调理剂水分含量;烘箱法适用于测定农林保水剂水分含量;卡尔·费休法适用于用二氧六环萃取后采用卡尔·费休试剂滴定测定肥料和土壤调理剂水分含量。真空烘箱法和烘箱法不适用于在干燥过程中能产生非水分挥发性物质的肥料和土壤调理剂水分含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(ISO 760, NEQ)

HG/T 3696 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

3 水分含量的测定

3.1 真空烘箱法

3.1.1 仪器

3.1.1.1 通常实验室仪器。

3.1.1.2 电热恒温真空干燥箱(真空烘箱):温度可控制在 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$,真空度可控制在 $6.4 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 7.1 \times 10^4 \text{ Pa}$ 。

3.1.1.3 带磨口塞称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm。

3.1.2 分析步骤

3.1.2.1 试样的制备

样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 孔径试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中。

3.1.2.2 测定

称取约 2 g(精确至 0.000 1 g)试样于预先干燥至恒重的称量瓶中,置于 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$,通干燥空气调节真空度为 $6.4 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 7.1 \times 10^4 \text{ Pa}$ 的电热恒温真空干燥箱中干燥 $2 \text{ h} \pm 10 \text{ min}$,取出,在干燥器中冷却至室温,称量。

3.1.3 分析结果的表述

水分(游离水)含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,按式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——试料的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

3.1.4 允许差

游离水的质量分数 $\omega_1 \leq 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.20\%$ 。

游离水的质量分数 $\omega_1 > 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.30\%$ 。

3.2 烘箱法

3.2.1 仪器

3.2.1.1 通常实验室仪器。

3.2.1.2 恒温干燥箱:温度控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

3.2.1.3 带磨口塞称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm。

3.2.2 分析步骤

3.2.2.1 试样的制备

样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 孔径试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中。

3.2.2.2 测定

称取约 2 g(精确至 0.001 g)试样于预先干燥至恒重的称量瓶中,置于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱中干燥 2 h $\pm$ 10 min,取出,在干燥器中冷却至室温,称量。

3.2.3 结果表述

水分(游离水)含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,按式(1)计算。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

3.2.4 允许差

游离水的质量分数 $\omega_1 \leq 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.20\%$ 。

游离水的质量分数 $\omega_1 > 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.30\%$ 。

3.3 卡尔·费休法

3.3.1 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,从而求出游离水的含量。反应式如下:



3.3.2 试剂和材料

本方法中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按照 HG/T 3696 的规定执行。

3.3.2.1 5A 分子筛:直径 3 mm~5 mm 颗粒,用做干燥剂。使用前,于 500°C 下焙烧 2 h 并在内装分子筛的干燥器中冷却。

3.3.2.2 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(3.3.2.1)约 50 g,塞上瓶塞,放置过夜,吸取上层清液使用。

3.3.2.3 二氧六环:经脱水处理,方法同 3.3.2.2。

3.3.2.4 无水乙醇:经脱水处理,方法同 3.3.2.2。

3.3.2.5 卡尔·费休试剂:按照 GB/T 6283 的规定配制。

3.3.3 仪器

3.3.3.1 通常实验室仪器。

3.3.3.2 卡尔·费休直接电量滴定仪器,按照 GB/T 6283 的规定配备。

3.3.3.3 离心机:转速 0 r/min~4 000 r/min。

3.3.4 分析步骤

3.3.4.1 卡尔·费休试剂的标定

按照 GB/T 6283 规定进行,用二水合酒石酸钠(或水)标定。

3.3.4.2 试样的制备

样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 孔径试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中。

3.3.4.3 测定

称取 1.5 g~2.5 g(精确至 0.002 g)游离水含量不大于 150 mg 的试样于 125 mL 带盐水瓶橡皮塞的锥形瓶中,盖上瓶塞,用移液管注入 50.0 mL 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),摇动或振荡数分钟,静置 15 min,再摇动或振荡数分钟,待试样稍微沉降后,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,加 50 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,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相同的偏斜,并保持稳定 1 min。

用移液管从离心管中取出 5.0 mL 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,重新加入甲醇,用卡尔·费休试剂滴定至同样终点。然后进行下一次测定。

以同样方法进行空白试验,测定 5.0 mL 二氧六环所消耗的卡尔·费休试剂的体积(V_2)。

3.3.4.4 结果表述

水分(游离水)含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,按式(2)计算。

$$\omega_1 = \frac{T(V_1 - V_2)}{m \times \frac{5}{50} \times 1000} \times 100\% = \frac{(V_1 - V_2)T}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定 5.0 mL 二氧六环萃取溶液所消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定 5.0 mL 二氧六环所消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

T ——卡尔·费休试剂对水的滴定度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

3.3.4.5 允许差

游离水的质量分数 $\omega_1 \leq 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.30\%$ 。

游离水的质量分数 $\omega_1 > 2.0\%$ 时,平行测定结果的绝对差值应 $\leq 0.40\%$ 。

4 粒度、细度的测定

4.1 仪器

4.1.1 通常实验室仪器。

4.1.2 所要求孔径的试验筛(GB/T 6003.1 中 R40/3 系列),附筛盖和底盘。

4.1.3 电动振筛机。

4.2 分析步骤

粒度一般可由 ω (区间粒径)、 $\omega(\geq$ 粒径)两种形式表示,细度由 $\omega(\leq$ 粒径)形式表示,分别按以下方

式测定:

- a) 粒度 ω (区间粒径)分析:选取两种所要求孔径的试验筛,将试验筛按孔径由小到大、由下到上依次装到底盘上,称取约 200 g 试样(精确至 0.1 g),置于最上层试验筛上,盖好筛盖,置于振筛机上夹紧,振荡 5 min,或进行人工筛分。取下筛盖,称量通过较大孔径试验筛而未通过较小孔径试验筛的试料(精确至 0.1 g),夹在筛孔中的试料做不通过此筛处理。
- b) 粒度 ω ($\geq$ 粒径)分析:选取一种所要求孔径的试验筛,将试验筛装到底盘上,称取约 200 g 试样(精确至 0.1 g),置于试验筛上,盖好筛盖,置于振筛机上夹紧,振荡 5 min,或进行人工筛分。取下筛盖,称量未通过试验筛的试料(精确至 0.1 g),夹在筛孔中的试料做不通过此筛处理。
- c) 细度 ω ($\leq$ 粒径)分析:测定前,先称量底盘质量。选取一种所要求孔径的试验筛,将试验筛装到底盘上,称取约 100 g 试样(精确至 0.1 g),置于试验筛上,盖好筛盖,置于振筛机上夹紧,振荡 10 min,或进行人工筛分。取下筛盖,称量底盘中的试料(精确至 0.1 g)。

4.3 分析结果的表述

粒度或细度以质量分数 ω_2 计,数值以百分率表示,按式(3)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——测定粒度 ω (区间粒径)时,通过较大孔径试验筛而未通过较小孔径试验筛试料的质量,单位为克(g);或测定粒度 ω ($\geq$ 粒径)时,未通过试验筛的试料质量,单位为克(g);或测定细度 ω ($\leq$ 粒径)时,底盘中的试料质量,单位为克(g)。

结果保留到小数点后一位。