



中华人民共和国国家标准

GB/T 21634—XXXX
代替 GB/T 21634—2008

重过磷酸钙

Triple Superphosphate

(征求意见稿)

2019.5

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 21634-2008《重过磷酸钙》，与 GB/T 21634-2008 相比主要技术变化如下：

- 增加了试验操作安全警示；
- 增加了重过磷酸钙中游离酸的测定仲裁方法：滴定终点指示酸度计法；
- 增加了砷、镉、铅、镉、汞的限量要求及测定方法；
- 产品质量指标合格判定，采用标准改为 GB/T 8170-2008。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准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/TC105/SC3）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

本标准于 2008 年 4 月首次发布。

重过磷酸钙

1 范围

本标准规定了重过磷酸钙的要求，试验方法，检验规则，标识，以及包装、运输和贮存。
本标准适用于湿法或热法磷酸处理磷矿粉制成的农业用粉状和粒状重过磷酸钙(包括加入有机质等添加物的重过磷酸钙产品)。

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，仅所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 6003.1-2012 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 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB 18382 肥料标识 内容和要求
GB XXXXX 肥料中有害物质的限量要求
HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 要求

3.1 粉状重过磷酸钙

- 3.1.1 外观：有色粉状物，无机械杂质。
- 3.1.2 粉状重过磷酸钙应符合表 1 要求，同时应符合标明值。

表 1

项 目	优等品	一等品	合格品
总磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/% ≥	44.0	42.0	40.0
有效磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/% ≥	42.0	40.0	38.0
水溶性磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/% ≥	36.0	34.0	32.0
游离酸（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/% ≤	7.0		
游离水的质量分数 /% ≤	8.0		

3.2 粒状重过磷酸钙

- 3.2.1 外观：有色颗粒，无机械杂质。
- 3.2.2 粒状重过磷酸钙应符合表 2 要求，同时应符合标明值。

表 2

项目		优等品	一等品	合格品
总磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≥	46.0	44.0	42.0
有效磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≥	44.0	42.0	40.0
水溶性磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≥	38.0	36.0	35.0
游离酸（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≤	5.0		
游离水的质量分数/%	≤	4.0		
粒度（2.00mm～4.75mm）的质量分数/%	≥	90		

3.3 有毒有害物质

管理部门有要求时，所检应符合GB XXXXX《肥料中有毒有害物质的限量要求》。

4 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。本标准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。

本标准中所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应符合HG/T 2843之规定。

4.1 外观

目视法测定。

4.2 试样制备

按 5.4.2 制备试样。

4.3 总磷、水溶性磷及有效磷含量测定 磷钼酸喹啉重量法

4.3.1 原理

用混合酸提取试样中的总磷，用水提取水溶性磷，用水与乙二胺四乙酸二钠溶液提取有效磷，提取液中的正磷酸根离子在酸性介质中与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，分别用磷钼酸喹啉重量法测定磷的含量。

4.3.2 试剂和材料

- 4.3.2.1 乙二胺四乙酸二钠溶液(37.5g/L)：称取 37.5g 乙二胺四乙酸二钠于 1000mL 烧杯中，加水溶解，用水稀释至 1000mL，混匀；
- 4.3.2.2 喹钼柠酮试剂；
- 4.3.2.3 硝酸溶液：1+1。
- 4.3.2.4 混合酸：在 1 体积盐酸中，加入 3 体积硝酸，以 4 体积水稀释后，混匀。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 通常实验室用仪器；

4.3.3.2 恒温干燥箱，能控制温度在 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ ；

4.3.3.3 玻璃坩埚式滤器，4号，容积30mL；

4.3.3.4 恒温水浴振荡器，能控制温度在 $(65 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的往复式振荡器或回旋式振荡器。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 总磷的测定

称取约1g试样（精确至0.0002g），置于200mL烧杯中，加入25mL混合酸，盖上表面皿，加热至沸腾并保持微沸30min，加入50mL水，再加热煮沸，保持微沸15min，冷却，移入250mL量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初滤液，所得试液供测定总磷用。

用单标线吸管吸取10mL试液，移入400mL烧杯中，加入10mL硝酸溶液，用水稀释至约100mL。加热至沸，取下，加入35mL喹钼柠酮试剂，盖上表面皿，在电热板上微沸1min或置于近沸水浴中保温至沉淀分层，取出烧杯，冷却至室温。冷却过程中转动烧杯2~3次。

用预先在 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器过滤，先将上层清液滤完，然后用倾泻法洗涤沉淀1~2次，每次用约25mL水，将沉淀移入滤器中，再用水洗涤，洗涤所用的水共计在125mL~150mL，将沉淀连同滤器置于 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱内，待温度达到 180°C 后，干燥45min，取出移入干燥器内，冷却至室温，称量。

4.3.4.2 水溶性磷的测定

称取约1g试样（精确至0.0002g），置于75mL容积的瓷蒸发皿或玻璃研钵中，加入25mL水研磨，静置后，将清液倾注过滤于预先加入5mL硝酸溶液的500mL量瓶中，继续用水研磨三次，每次用25mL水，然后将水不溶性磷残渣转移至滤纸上，并用水洗涤至滤液达400mL左右，洗涤时应注意水滤尽后再继续加水。用水稀释至刻度，混匀。即为试液A，供测定水溶性磷和有效磷用。

用单标线吸管吸取试液A 20mL，移入400mL烧杯中，其余步骤同4.3.4.1。

4.3.4.3 有效磷的测定

将4.3.4.2中的水不溶性磷残渣连同滤纸一起转移至250mL量瓶中，加入150mL预先加热到 65°C 的乙二胺四乙酸二钠溶液，塞紧瓶塞，摇动量瓶使滤纸破碎，试料分散于溶液中，置于 $(65 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴振荡器中，保温振荡1h（振荡频率以量瓶内溶液能翻动，滤纸逐渐成絮状为宜）。取出量瓶，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。干过滤，弃去最初滤液，所得试液B供测定有效磷含量用。

用单标线吸管吸取20mL试液A 和10mL试液B，移入400mL烧杯中，其余步骤同4.3.4.1。

4.3.4.4 空白试验

除不加试样外，须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤，进行平行操作。

4.3.5 分析结果的表述

总磷、水溶性磷与有效磷，分别以五氧化二磷（ P_2O_5 ）的质量分数 w_1 、 w_2 、 w_3 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 25 \times 0.03207}{m_0} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 80.175}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——试样测定所得磷钼酸喹啉沉淀质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀质量的数值，单位为克(g)；

- 25 ——试液定容体积与吸取体积之比；
0.03207 ——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数的数值；

m_0 ——试料的质量的数值，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作为测定结果。

4.3.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.20%；

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.40%；

4.4 游离酸含量的测定 酸度计法（仲裁法）

4.4.1 原理

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定游离酸，根据酸度计pH值变化指示滴定终点，由消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的量，计算出游离酸含量。

4.4.2 试剂和材料

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

4.4.2.2 不含二氧化碳的水。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 通常实验室用仪器；

4.4.3.2 310mL 或 25ml 碱式滴定管；

4.4.3.3 振荡器：往复式振荡器或回旋式振荡器。

4.4.3.4 酸度计：配置有电磁搅拌器、复合电极，使用前须定位和校准

4.4.4 分析步骤

称取5g试样（精确至0.0002g），移入500mL量瓶中，加入200mL不含二氧化碳的蒸馏水，盖上瓶塞，在振荡器上振荡15min，用不含二氧化碳的蒸馏水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初滤液。

用单标线吸管吸取50mL滤液于250mL烧杯中，用不含二氧化碳的水稀释至150mL，置烧杯于电磁搅拌器上，将复合电极浸入溶液中，放入搅拌子，在搅拌下，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至已定位的酸度计读数为4.5。

4.4.5 分析结果的表述

游离酸以五氧化二磷（ P_2O_5 ）的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3 \times \frac{50}{500} \times 1000} \times 100 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M ——五氧化二磷（ $\frac{1}{2} \text{P}_2\text{O}_5$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M=71.00$]；

m_3 ——试料的质量的数值，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作为测定结果。

4.4.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

4.5 游离酸含量的测定 指示剂法

4.5.1 原理

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定游离酸，根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的量，计算出游离酸含量。

4.5.2 试剂和材料

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

4.5.2.2 溴甲酚绿指示液：2g/L；

4.5.2.3 不含二氧化碳的水。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 通常实验室用仪器；

4.5.3.2 10mL 或 25mL 碱式滴定管；

4.5.3.3 振荡器：往复式振荡器或回旋式振荡器。

4.5.4 分析步骤

称取5g试样（精确至0.0002g），移入500mL量瓶中，加入200mL不含二氧化碳的蒸馏水，振荡15min后，用不含二氧化碳的蒸馏水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初滤液。

用单标线吸管吸取50mL滤液于250mL三角瓶中，用不含二氧化碳的水稀释至150mL，加入0.5mL溴甲酚绿指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈纯绿色为终点。

4.5.5 分析结果的表述

游离酸以五氧化二磷（ P_2O_5 ）的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3 \times \frac{50}{500} \times 1000} \times 100 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

M ——五氧化二磷（ $\frac{1}{2}\text{P}_2\text{O}_5$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M=71.00$]；

m_3 ——试料的质量的数值，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作为测定结果。

4.5.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

4.6 游离水分测定 真空烘箱法

4.6.1 原理

在一定温度下，试样在真空烘箱中减压干燥，失去的质量表示为水分含量。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 通常实验室用仪器；

4.6.2.2 恒温真空干燥箱（真空烘箱）：能控制温度在 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，保持真空度在 $(64.0 \sim 70.7)$ kPa；

4.6.2.3 带磨口塞称量瓶：直径 50mm、高 30mm。

4.6.3 分析步骤

称取约2g试样（精确至0.0002g），置于预先在测定条件下干燥并恒重的称量瓶中，敞开瓶塞，置于 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，通干燥空气调节真空度为 $(64.0 \sim 70.7)$ kPa的真空烘箱内干燥 $2\text{h} \pm 10\text{min}$ ，取出，盖上瓶塞，在干燥器中冷却至室温，称量。

4.6.4 分析结果的表述

游离水分以水（ H_2O ）的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_4 ——干燥前试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_5 ——干燥后试料的质量的数值，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作为测定结果。

4.6.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

4.7 粒度测定 筛分法

4.7.1 原理

从试样中筛分出一定粒径范围的颗粒，称量，计算百分率。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 通常实验室用仪器；

4.7.2.2 试验筛（GB 6003.1-2012）：孔径为 2.00mm、4.75mm，附有筛盖和底盘；

4.7.2.3 振筛机。

4.7.3 分析步骤

依次叠好筛子和底盘，称取5.4中经缩分的试样约200g（精确至0.5g），置于4.75mm的筛子上，盖上筛盖，固定在振筛机上或人工筛分，振摇 5 min，称量2.00mm～4.75mm之间的试料，夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

4.7.4 分析结果表述

粒度以（2.00mm～4.75mm）之间颗粒的质量分数 w_4 计，数值以%表示，按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{m_7}{m_6} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中：

m_7 ——2.00mm～4.75mm筛子之间试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_6 ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.8 砷、镉、铅、铬、汞的测定

按GB XXXXXX的规定进行。

5 检验规则

5.1 检验类别及检验项目

产品检验包括出厂检验和型式检验，砷、镉、铅、铬、汞为型式检验项目，其余项目均为出厂检验项目。型式检验项目在下列情况时，应进行测定：

- a) 正式生产时，原料、工艺及设备发生变化；
- b) 正式生产时，定期或积累到一定量后，应周期性进行一次检验；
- c) 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

5.2 产品按批检验，以一天或两天的产量为一批，最大批量为 1000 t。

5.3 采样方案

5.3.1 袋装产品

不超过512袋时按表3取样；超过512袋时，按式（5）计算结果采样，计算结果如遇小数时，则进为整数。

$$\text{采样袋数 } n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots(5)$$

式中：

N ——每批肥料总袋数。

按表 3 或式（5）计算结果，随机抽取一定袋数，用采样器从每袋最长对角线插入至袋的四分之三处，取出不少于100g的样品，每批采样总量不得少于2kg。

5.3.2 散装产品

按GB/T 6679规定进行。

5.4 样品缩分

5.4.1 将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至不少于500g（粒状产品缩分至不少于1kg），分装于两个洁净、干燥的具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中，密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、产品等级、批号、取样日期和取样人姓名，一瓶做产品质量分析，另一瓶保存两个月，以备查用。

表 3

总包装袋数	最少采样袋数	总包装袋数	最少采样袋数
1~10	全部袋数	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		

5.4.2 试样制备

由5.4.1中取一瓶样品，经多次缩分后取出约100g样品，迅速研磨至全部通过0.5mm试验筛（如很难过筛，可换1.00mm试验筛），混匀，置于洁净、干燥的瓶中，做成分分析用。如为粒状产品，余下样品供粒度测定用。

5.5 结果判定

5.5.1 本标准中产品质量指标合格判定，采用GB / T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定中“修约值比较法”。

5.5.2 出厂检验的项目全部符合本标准要求时，判该批产品合格。

5.5.3如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二倍量的包装袋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标准要求，判该批产品不合格。

5.5.4 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、产品等级、批号或生产日期、产品净含量、总磷含量、有效磷含量和本标准编号。

6 标识

产品名称为“重过磷酸钙”，在包装容器正面应标明产品总磷、有效磷含量、产品等级。以单一数值标明每袋净含量。其余执行GB 18382。

7 包装、运输和贮存

7.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装。每袋净含量(50±0.5) kg、(40±0.4) kg、(25±0.25) kg、(10±0.1) kg，平均每袋净含量分别不得低于 50.0kg、40.0kg、25.0kg、10.0kg。

7.2 在符合 GB/T 8569 规定的前提下，宜使用经济实用型包装。

7.3 产品在贮存和运输过程中应防潮、防晒、防破裂。产品可以包装或散装形式运输。