



中华人民共和国国家标准

GB/T 21634—2020
代替 GB/T 21634—2008

重 过 磷 酸 钙

Triple superphosphate

2020-11-19 发布

2021-06-01 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，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更新了部分规范性引用文件(见第 2 章,2008 年版的第 2 章)；
- 增加了有毒有害物质的限量要求(见 3.3)；
- 增加了游离酸的测定方法(见 4.5.1)；
- 修改了包装规格(见 7.1,2008 年版的 7.1)。

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/TC 105/SC 3)归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、云南云天化股份有限公司、上海化工院检测有限公司、云南省产品质量监督检验研究院、上海寰球工程有限公司。

本标准主要起草人：师永林、杨一、李周、李兴林、王文洁、杜秀明、颜乔岳、孙钢、他德洪、马彦平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 21634—2008。

重 过 磷 酸 钙

1 范围

本标准规定了重过磷酸钙的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、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肥料用粉状和粒状重过磷酸钙。

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 6679 固体化工产品采样通则
- 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 and 要求
- 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 技术要求

3.1 粉状重过磷酸钙

- 3.1.1 外观为有色粉状物,无机械杂质。
- 3.1.2 粉状重过磷酸钙的技术指标应符合表 1 要求,同时应符合标明值。

表 1 粉状重过磷酸钙的技术指标要求 %

项 目	I 型	II 型	III 型
总磷(以 P_2O_5 计) $\geq$	44.0	42.0	40.0
水溶性磷(以 P_2O_5 计) $\geq$	36.0	34.0	32.0
有效磷(以 P_2O_5 计) $\geq$	42.0	40.0	38.0
游离酸(以 P_2O_5 计) $\leq$	7.0		
游离水 $\leq$	8.0		

3.1.3 产品中的有毒有害物质应符合 GB 38400 中的限量要求。

3.2 粒状重过磷酸钙

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

表 2 粒状重过磷酸钙的技术指标要求 %

项 目	I 型	II 型	III 型
总磷(以 P ₂ O ₅ 计) ≥	46.0	44.0	42.0
水溶性磷(以 P ₂ O ₅ 计) ≥	38.0	36.0	35.0
有效磷(以 P ₂ O ₅ 计) ≥	44.0	42.0	40.0
游离酸(以 P ₂ O ₅ 计) ≤	5.0		
游离水 ≤	4.0		
粒度(2.00 mm~4.75 mm) ≥	90		

3.2.3 产品中的有毒有害物质应符合 GB 38400 中的限量要求。

4 取样

4.1 合并样品的采取

4.1.1 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;超过 512 袋时,按式(1)计算结果确定最少取样袋数,计算结果如遇小数时,则进为整数。

表 3 最少取样袋数的确定

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		

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

式中：
n ——最少取样袋数；
N ——每批产品总袋数。

按表 3 或式(6)计算结果,随机抽取一定袋数,用取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 100 g 的样品,每批采取的合并样品总量不得少于 2 kg。

4.1.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行。

4.2 样品缩分

将采取的合并样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至不少于 500 g(粒状产品缩分至不少于 1 kg),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,一瓶做产品检验,另一瓶保存两个月,以备查用。

5 试验方法

警示——试验中使用的部分试剂有毒性、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。

5.1 一般规定

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。除外观和粒度外,均做两份试料的平行测定。

5.2 外观检验



使用未经研磨的样品,用目视法检验。

5.3 总磷、水溶性磷及有效磷含量

5.3.1 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。

5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 乙二胺四乙酸二钠溶液(37.5 g/L):称取 37.5 g 乙二胺四乙酸二钠于 1 000 mL 烧杯中,加水溶解,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.3.2.2 喹钼柠酮试剂。

5.3.2.3 硝酸溶液(1+1)。

5.3.2.4 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。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 通常实验室用仪器。

5.3.3.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.3.3 玻璃坩埚式滤器:4 号,容积 30 mL。

5.3.3.4 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。

5.3.4 样品

由 4.2 中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g,迅速研磨至全部通过 0.5 mm 试验筛(如很难过筛,可换成过 1.00 mm 试验筛),混匀,置于洁净、干燥的瓶中备用。

5.3.5 试验步骤

5.3.5.1 总磷

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 200 mL 烧杯中,加入 25 mL 混合酸,盖上表面皿,加热至沸腾并保持微沸 30 min,加入 50 mL 水,再加热煮沸,保持微沸 15 min,冷却,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初滤液,所得试样溶液 A 供测定总磷用。

用单标线吸管吸取 10 mL 试样溶液 A,移入 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至约 100 mL。加热至沸,取下,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上微沸 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。冷却过程中转动烧杯 2~3 次。

用预先在(180±2)℃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 25 mL 水,将沉淀移入滤器中,再用水洗涤,洗涤所用的水共计 125 mL~150 mL,将沉淀连同滤器置于(180±2)℃干燥箱内,待温度达到 180℃后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

5.3.5.2 水溶性磷

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 75 mL 容积的瓷蒸发皿或玻璃研钵中,加入 25 mL 水研磨,静置后,将清液倾注过滤于预先加入 5 mL 硝酸溶液的 500 mL 容量瓶中,继续用水研磨 3 次,每次用 25 mL 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 400 mL 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。即为试样溶液 B,供测定水溶性磷和有效磷用。

用单标线吸管吸取试液试样溶液 B 20 mL,移入 400 mL 烧杯中,其余步骤同 5.3.5.1。

5.3.5.3 有效磷

将 5.3.5.2 中的水不溶性磷残渣连同滤纸一起转移至 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先加热到 65℃的乙二胺四乙酸二钠溶液,塞紧瓶塞,摇动容量瓶使滤纸破碎,试料分散于溶液中,置于 65℃±1℃的恒温水浴振荡器中,保温振荡 1 h(振荡频率以容量瓶内溶液能翻动,滤纸逐渐成絮状为宜)。取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初滤液,所得试样溶液 C 供测定有效磷含量用。

用单标线吸管吸取 20 mL 试样溶液 B 和 10 mL 试样溶液 C,移入 400 mL 烧杯中,其余步骤同 5.3.5.1。

5.3.5.4 空白试验

除不加试料外,与试料测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行测定。

5.3.6 试验数据处理

总磷、水溶性磷与有效磷含量,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(2)计算:

$$w_1(w_2, w_3) = \frac{(m_1 - m_2) \times 25 \times 0.032\ 07}{m_0} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 80.175}{m_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——总磷(水溶性磷、有效磷)测定试样溶液所得磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);
- m_2 ——总磷(水溶性磷、有效磷)测定空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);
- 25 ——试液定容体积与吸取体积之比;

0.032 07 ——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数；
 m_0 ——总磷(水溶性磷、有效磷)测定时称取试料的质量，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。

5.3.7 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 0.40%。

5.4 游离酸含量

5.4.1 酸度计法(仲裁法)

5.4.1.1 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。

5.4.1.2 试剂或材料

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

5.4.1.2.2 不含二氧化碳的蒸馏水。

5.4.1.3 仪器

5.4.1.3.1 通常实验室用仪器。

5.4.1.3.2 碱式滴定管，10 mL 或 25 mL。

5.4.1.3.3 振荡器，往复式振荡器或回旋式振荡器。

5.4.1.3.4 酸度计，配置有电磁搅拌器、复合电极，使用前须定位和校准。

5.4.1.4 试验步骤

自 5.3.4 制备的试样中称取 5 g(精确至 0.000 2 g)，移入 500 mL 容量瓶中，加入 200 mL 不含二氧化碳的蒸馏水，盖上瓶塞，在振荡器上振荡 15 min，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 50 mL 滤液于 250 mL 烧杯中，用不含二氧化碳的水稀释至 150 mL，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。

5.4.1.5 试验数据处理

游离酸以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_4 计，数值以%表示，按式(3)计算：

$$w_4 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3 \times \frac{50}{500} \times 1\,000} \times 100 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，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，单位为毫升(mL)；
- M ——五氧化二磷($1/2\text{P}_2\text{O}_5$)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[$M=71.00$]；



m_3 ——试料的质量,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。

5.4.1.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

5.4.2 指示剂法

5.4.2.1 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。

5.4.2.2 试剂或材料

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

5.4.2.2.2 溴甲酚绿指示液, 2 g/L。

5.4.2.2.3 不含二氧化碳的水。

5.4.2.3 仪器设备

5.4.2.3.1 通常实验室用仪器。

5.4.2.3.2 碱式滴定管, 10 mL 或 25 mL。

5.4.2.3.3 振荡器, 往复式振荡器或回旋式振荡器。

5.4.2.4 试验步骤

自 5.3.4 制备的试样称取 5 g(精确至 0.000 2 g), 移入 500 mL 容量瓶中, 加入 200 mL 不含二氧化碳的蒸馏水, 振荡 15 min 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 50 mL 滤液于 250 mL 锥形瓶中, 用不含二氧化碳的水稀释至 150 mL, 加入 0.5 mL 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。

5.4.2.5 试验数据处理

游离酸以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_5 计, 数值以%表示, 按式(4)计算:

$$w_5 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3 \times \frac{50}{500} \times 1\,000} \times 100 = \frac{c \cdot V \times M}{m_3} \dots\dots\dots(4)$$

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($1/2\text{P}_2\text{O}_5$)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。

5.4.2.6 精密度

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%。

5.5 游离水含量

5.5.1 原理

在一定温度下,试样在真空烘箱中减压干燥,失去的质量表示为游离水含量。

5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 通常实验室用仪器。

5.5.2.2 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 kPa~70.7 kPa。

5.5.2.3 带磨口塞称量瓶,直径 50 mm,高 30 mm。

5.5.3 试验步骤

自 5.3.4 制得的试样中称取约 2 g(精确至 0.000 2 g),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 kPa~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。

5.5.4 试验数据处理

游离水含量以水(H_2O)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_6 = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_4 ——干燥前试料的质量,单位为克(g);

m_5 ——干燥后试料的质量,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。

5.5.5 精密度

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%。

5.6 粒度

5.6.1 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。

5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 通常实验室用仪器。

5.6.2.2 试验筛(GB/T 6003.1):孔径为 2.00mm、4.75mm,附有筛盖和底盘。

5.6.2.3 振筛机。

5.6.3 试验步骤

依次叠好筛子和底盘,称取 4.2 中经缩分的试样约 200 g(精确至 0.5 g),置于 4.75 mm 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 2.00 mm~4.75 mm 的试料,夹在筛孔中的试

料做不通过此筛处理。

5.6.4 试验数据处理

粒度以 2.00 mm~4.75 mm 颗粒的质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_7 = \frac{m_7}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

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

m_6 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。3.1.1 和 3.1.2 中的项目为粉状产品的出厂检验项目,粉状产品的型式检验项目包括 3.1 中的全部项目;3.2.1 和 3.2.2 中的项目为粒状产品的出厂检验项目,粒状产品的型式检验项目包括 3.2 中的全部项目。在有下列情况之一时进行型式检验:

- 正式生产后,如原材料、工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- 正常生产时,定期或积累到一定量后,每两年至少进行一次检验;
- 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。

6.2 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 1 000 t。

6.3 结果判定

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

6.3.2 生产企业应按本标准要求出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.3.3 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标准要求时,应重新自同批次二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标准要求,判该批产品不合格。

7 标识和质量证明书

7.1 产品名称为“重过磷酸钙”,在包装容器正面应标明产品总磷含量、有效磷含量和产品类型。应以单一数值标明每袋净含量。

7.2 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、产品类型、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。

7.3 其余应符合 GB 18382 要求。

8 包装、运输和贮存

8.1 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，平均每袋净含量分别不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。也可使用供需双方合同约定的包装规格。

8.2 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。

8.3 在符合 GB/T 8569 规定的前提下，宜使用经济实用型包装。

8.4 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。
