

磷酸二铵中有效磷含量测定方法的改进

姜 婷 魏 珂

陕西陕化煤化工集团有限公司 陕西 渭南 714100

摘 要: 现行标准GB 10205—2009中磷酸二铵中有效磷含量的测定采用EDTA提取后,使用磷钼酸喹啉沉淀,经过滤、洗涤、干燥和称量所得沉淀,计算的有效磷含量^[1],整个过程分析时间3小时,经过试验,我们将磷酸二铵中有效磷含量的测定方法进行改进,改进以后,有效磷含量的测定结果精密度及准确度符合生产控制要求,而且有效磷平行样测定时间缩短为2小时,减少了分析时间,操作更为简单,及时为生产控制提供可靠数据,效果良好。

关键词: 磷酸二铵;有效磷;改进;比较;结论

现行标准GB/T10209.2-2010中用乙二胺四乙酸二钠溶液提取磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷,提取液中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,用磷钼酸喹啉重量法(仲裁法)或磷钼酸容量法测定有效磷的含量^[1],这种方法准确度高,精密度好,但整个过程分析时间较长,平行样测定时间约为3h,可作为出厂产品检验,但作为中间生产控制,分析时间过长,满足不了生产控制需求。磷钼酸喹啉重量法分析中先需要将有效磷用乙二胺四乙酸二钠溶液(EDTA)提取,提取有效磷时长为一小时,根据长期分析实验中积累的经验,我们对GB/T10209.2-2010中磷酸二铵中有效磷含量的测定方法进行改进,使用改进以后的方法在确保有效磷含量的测定准确度高,精密度好的同时,使分析所需时间由原3h减少为2h,并且不用使用振荡器,具有操作简便的优点,分析方法如下,仅供大家参考。本方法适用于传统法二铵有效磷含量的生产中控分析。

分析磷酸二铵中有效五氧化二磷,可采取(1+1)HCL溶液溶解样品,提取有效磷,并且测定结果有良好的精密度与准确度,现介绍如下。

1 实验部分

1.1 方法提要

用(1+1)盐酸加热后可快速溶解磷酸二铵中的磷、氮化合物及铁、铝、镁等金属元素,对磷酸二铵全磷进行测定,将全磷减去校正系数为有效磷。

用(1+1)盐酸加热后可快速溶解磷酸二铵中正磷酸根在酸性介质中与喹钼柠酮沉淀剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀^[1],经过滤(干过滤)、洗涤、干燥(180℃)、称量所得沉淀,计算出有效磷含量。

1.2 试剂^[2]

本实验所使用的试剂、水溶液的配制,均应符合HG/T 2843的规定

盐酸溶液, 1+1

乙二胺四乙酸二钠水溶液, 0.1mol/L

硝酸溶液, 1+1

喹钼柠酮试剂

1.3 仪器

通用实验室仪器

恒温水浴振荡器

恒温干燥箱: 温度控制在(180±2)℃

玻璃砂芯坩埚: 4号, 容积30ml

1.4 本方法测定步骤

准确称取1.0g左右(精确至0.0002g)样品置于300ml烧杯中,加少量水润湿后,加入(1+1)盐酸10ml,电炉加热溶解,冷却至室温后转移至250ml容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,用中速定性滤纸干过滤,并弃去最初部分滤液。用移液管准确吸取滤液10.00ml,移入300ml烧杯中,加入(1+1)硝酸10ml,加入蒸馏水至100ml刻度处,盖上表面皿,在电炉上加热,至沸后取下,在不断搅拌下加入喹钼柠酮沉淀剂35ml,在电热板煮沸1分钟。取下烧杯,冷却至室温,静置沉降。用玻璃砂芯坩埚(预先在(180±2)℃干燥箱内干燥至恒重)过滤,首先将上层清液过滤完,然后用倾泻法过滤下层沉淀,再洗涤沉淀2~3次,每次用20ml水,将沉淀完全转入玻璃砂芯坩埚中,再用蒸馏水洗涤6~8次,将沉淀连同玻璃砂芯坩埚置于干燥箱(180±2)℃中,等温度达到180℃后,干燥至恒重。取出稍冷后放入干燥器中冷却至室温,称量。同时进行空白试验。称量,计算得到有效磷含量。

1.5 实验步骤

1.5.1 称取已制备好传统法磷酸二铵样品10份,用国家标准方法进行传统法磷酸二铵中有效磷含量的测定(用乙二胺四乙酸二钠在60℃振荡器中振荡1h,磷钼酸

喹啉沉淀剂在(180±2)℃下干燥45分钟)。该结果未本实验标准值(表1)。

1.5.2 称取上述制备好的传统法磷酸二铵样品10份,(1+1)HCL溶液加热溶解测定传统法磷酸二铵中全磷含量(磷钼酸喹啉沉淀剂在(180±2)℃下干燥45分钟。测定结果见表(1)全磷。

1.5.3 称取已制备好料浆法磷酸二铵样品10份,用国家标准方法进行料浆法磷酸二铵中有效磷含量的测定(用乙二醇四乙酸二钠在60℃振荡器中振荡1h,磷钼酸喹啉沉淀剂在(180±2)℃下干燥45分钟)。该结果未本实验标准值(表2)。

1.5.4 称取上述制备好的料浆法磷酸二铵样品10份,(1+1)HCL溶液加热溶解测定料浆法磷酸二铵中全磷含量(磷钼酸喹啉沉淀剂在(180±2)℃下干燥45分钟。测定结果见表(2)全磷。

2 结果与讨论

2.1 分析结果表述

以五氧化二磷(P_2O_5)质量百分数表示的有效磷的含量按下式计算^[1]:

$$\text{五氧化二磷}(P_2O_5)\% = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m} \times 100$$

式中: m_1 —测定水溶性磷或有效磷所得磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m_2 —空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

m —吸取试样溶液相当于试样的质量, g;

0.03207—磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数。

取平行测定的算术平均值作为测定结果,平行测定的绝对差值不大于0.30%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.60%。

2.2 传统法二铵、料浆法二铵全磷含量与有效磷含量比较

2.2.1 传统法二铵全磷含量与有效磷含量比较

表1 传统法二铵全磷含量与有效磷含量比较(质量分数, %)

样品编号	有效磷测定平均值(标准)	全磷(1+1HCL溶样)测定平均值	绝对差
1	43.88	43.85	-0.03
2	43.91	44.03	+0.04
3	43.38	43.49	+0.11
4	43.62	43.71	+0.09
5	44.04	44.15	+0.11
6	43.73	43.66	-0.07
7	43.81	43.93	+0.12
8	43.69	44.78	+0.09
9	43.96	44.06	+0.10
10	43.68	43.77	+0.11

2.2.2 料浆法二铵全磷含量与有效磷含量比较

表2 料浆法二铵全磷含量与有效磷测定结果(质量分数, %)

样品编号	有效磷测定平均值(标准)	全磷(1+1HCL溶样)测定平均值	绝对差
1	42.82	42.60	-0.22
2	42.76	43.13	+0.37
3	42.41	42.49	+0.08
4	42.70	42.75	+0.05
5	42.60	42.45	-0.15
6	42.88	43.12	+0.24
7	43.10	43.33	+0.23
8	42.51	42.80	+0.29
9	43.92	44.15	+0.23
10	42.66	42.51	-0.15

2.3 结果分析

2.3.1 由表1所列数据可以看出,传统法二铵中(1+1)

HCL加热溶解样品的全磷含量与国标分析方法中有效磷含量进行分析对照,通过以上数据可以得到有效磷的标准

值与的全磷的平均值的绝对误差,利用绝对误差的平均差值作为有效磷对全磷的校正系数,同时反映出全磷与有效磷的差值。如上表所示,绝对差的平均差为0.07%,说明传统法二铵中全磷比有效磷偏高0.07%。

2.3.2 由表2所列数据可以看出,料浆法二铵中(1+1)HCl加热溶解样品的全磷与国标分析方法中有效磷含量进行分析对照,通过以上数据可以得到有效磷的标准值与的全磷的平均值的绝对误差,全磷与有效磷的标准值的绝对差最大+0.37%,最小-0.22%,反映出料浆法二铵有效磷与全磷的差值变化较大,说明利用绝对误差的平均差值作为有效磷对全磷的校正系数。

3 结论与建议

3.1 本实验方法适合用于传统法二铵生产中间控制分析,料浆法二铵不适合用本方法。由于传统法二铵的非

水溶性五氧化二磷中部分复合盐的存在形式稍有不同,所以在使用本方法进行生产中控分析时,应定期用国家标准GB/T10209.2-2010重量法(仲裁法)进行分析对照,以修正校正系数。

3.2 料浆法二铵因磷酸中的钙、镁、铁、铝盐以及氟、硅等杂质在氨化后形成比较复杂的复合物,这些复合物难以被EDTA溶液提取。

3.3 若生产工艺发生变化或矿质变化,应及时对分析结果进行对照分析,修正校正系数,以便提高本方法分析结果的准确度。

参考文献

- [1] GB/T10209.2-2010 磷酸一铵 磷酸二铵
- [2] 王秀萍.磷酸二铵中有效五氧化二磷含量的快速测定[J].硫磷设计与粉体工程.2013.4:39-41.