



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8573—XXXX  
代替 GB/T 8573-2010

## 复混肥料中有效磷含量的测定

Determination of phosphorus content for compound fertilizers

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

2015-08-31

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 试验方法 .....	1

## 前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替GB/T 8573-2010《复混肥料中有效磷含量的测定》。

本标准与GB/T 8573-2010《复混肥料中有效磷含量的测定》的主要差异是：

- 增加了有效磷的提取柠檬酸提取法；
- 增加了复混肥料有效磷测定等离子发射光谱法。
- 重量法修改为仲裁法。

本标准主要起草人：

本标准主要修订人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 8573-1999 复混肥料中有效磷含量的测定

GB/T 8573-2010 复混肥料中有效磷含量的测定

# 复混肥料中有效磷含量的测定

## 1 范围

本标准规定了复混肥料中水溶性磷和有效磷含量的提取和测定方法，并规定了水溶性磷占有有效磷百分率的计算方法。

本标准适用于含磷的复混肥料（包括掺混肥料），不适用于磷酸铵、硝酸磷肥、磷酸二氢钾等以化学方法合成的复合肥料。

## 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 8571-2008 复混肥料 实验室样品制备

GB/T 8573-2010 复混肥料中有效磷含量测定

HG/T 2843-1997 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 试验方法

### 3.1 重量法（仲裁法）

#### 3.1.1 原理

用水和乙二胺四乙酸二钠(EDTA)或柠檬酸溶液提取复混肥料中水溶性磷和有效磷，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测定磷的含量。

#### 3.1.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、溶液和水，在未注明规格和配制方法时，均应符合HG/T 2843的规定。

##### 3.1.2.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液，37.5 g/L；

称取37.5 g EDTA于 1000mL烧杯中，加入少量水溶解，用水稀释至1000 mL，混匀。

##### 3.1.2.2 喹钼柠酮试剂；

##### 3.1.2.3 硝酸溶液，1+1；

##### 3.1.2.4 柠檬酸溶液，20g/L

称取20 g 柠檬酸于1000mL烧杯中，加入少量水溶解，用水稀释至1000mL，混匀。

#### 3.1.3 仪器

##### 3.1.3.1 通常实验室用仪器；

- 3.1.3.2 电热恒温干燥箱，温度能维持  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；
- 3.1.3.3 玻璃坩埚式滤器，4号，容积 30 mL；
- 3.1.3.4 恒温水浴振荡器，能控制温度  $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  的往复式振荡器或回旋式振荡器。

#### 3.1.4 分析步骤

- 3.1.4.1 做两份试料的平行测定。

##### 3.1.4.2 实验室样品制备

按GB/T 8571制备供分析用的实验室样品（通称试样）。

##### 3.1.4.3 试样称量

称取含有100mg~200mg五氧化二磷的试样，精确至0.0002g。

##### 3.1.4.4 水溶性磷的提取

按3.1.4.3要求称取试样，置于75 mL的瓷蒸发器中，加25 mL水研磨，将清液倾注过滤于预先加入5 mL硝酸溶液的250 mL量瓶中。继续用水研磨三次，每次用25 mL水，然后将水不溶物转移到滤纸上，并用水洗涤水不溶物，待量瓶中溶液达200 mL左右为止。最后用水稀释至刻度，混匀，即为溶液A，供测定水溶性磷用。

##### 3.1.4.5 有效磷的提取

3.1.4.5.1 按3.1.4.3要求，另外称取试样置于滤纸上，用滤纸包裹试样，塞入250 mL量瓶中，加入150 mL EDTA溶液，塞紧瓶塞，摇动量瓶使滤纸破碎、试样分散于溶液中，置于  $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  的恒温水浴振荡器(3.1.3.4)中，保温振荡1 h（振荡频率以量瓶内试样能自由翻动即可）。然后取出量瓶，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。干过滤，弃去最初部分滤液，即得溶液B，供测定有效磷用。

3.1.4.5.2 按3.1.4.3要求称取试样，置于250 mL容量瓶，加入150 mL柠檬酸溶液(3.1.2.4)，将量瓶置于超声波清洗仪中提取6~8 min，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初的50 mL，滤液即得溶液C，供测定有效磷用（不作为仲裁法用）。

##### 3.1.4.6 水溶性磷的测定

用单标线吸管吸取25 mL溶液A，移入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。用预先在  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器(3.1.2.3)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25 mL水，将沉淀移入滤器中，再用水洗涤，所用水共125 mL~150 mL，将沉淀连同滤器置于  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥箱内，待温度达到  $180^{\circ}\text{C}$  后，干燥45 min，取出移入干燥器内，冷却至室温，称量。

##### 3.1.4.7 有效磷的测定

用单标线吸管吸取25 mL溶液B或溶液C，移入500 mL烧杯中，加入10 mL硝酸溶液(3.1.2.3)，用水稀释至100 mL。以下操作按3.1.4.6分析步骤进行。

##### 3.1.4.8 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。

### 3.1.5 分析结果的表述

3.1.5.1 水溶性磷含量 ( $w_1$ ) 及有效磷含量 ( $w_2$ )，以五氧化二磷 ( $P_2O_5$ ) 质量分数 (%) 表示，按式 (1) 和式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m_A \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 32.07}{m_A} \text{-----(1)}$$

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.03207}{m_B \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_3 - m_4) \times 32.07}{m_B} \text{-----(2)}$$

式中：

- $m_1$ ——测定水溶性磷所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；
  - $m_2$ ——测定水溶性磷时，空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；
  - 0.03207——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数；
  - $m_A$ ——测定水溶性磷时，试料质量的数值，单位为克(g)；
  - 25——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)；
  - $m_3$ ——测定有效磷所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；
  - $m_4$ ——测定有效磷时，空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；
  - $m_B$ ——测定有效磷时，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。

### 3.1.5.2 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%。

3.1.5.3 肥料中水溶磷占有有效磷的百分率 ( $w_3$ ) 按式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{w_1}{w_2} \times 100 \text{----- (3)}$$

式中：

- $w_1$ ——水溶性磷含量，%；
- $w_2$ ——有效磷含量，%。

计算结果表示至小数点后一位。

## 3.2 等离子体发射光谱法

### 3.2.1 方法原理

用水和柠檬酸溶液或乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液提取肥料中水溶性磷和有效磷，利用激发光源（ICP）使试样溶液蒸发汽化，离解或分解为原子状态，原子可进一步电离成离子状态，原子及离子在光源中激发发光，试样溶液中磷的发光强度的大小与其浓度成正比。

### 3.2.2 试剂与材料

3.2.2.1 本标准所用试剂、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。

#### 3.2.2.2 柠檬酸溶液，20g/L

称取20 g 柠檬酸于1000mL烧杯中，加入少量水溶解，用水稀释至1000mL，混匀。

#### 3.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液，37.5g/L

称取37.5 g EDTA于1000mL烧杯中，加入少量水溶解，用水稀释到1000mL，混匀。

#### 3.2.2.4 磷标准贮备液，1mg/mL（1 mL 溶液中含有 1mg 五氧化二磷）

称取1.92g于105℃干燥4小时的磷酸二氢钾（ $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ），溶于水，移入1000mL量瓶中，加入2~3mL硝酸，稀释至刻度，混匀。

### 3.2.3 仪器

3.2.3.1 通常实验室仪器；

3.2.3.2 等离子发射光谱仪（ICP），ICPE-9000

高频发生器输出功率：1.2kw

等离子气流量：10L/min

冷却气流量：0.6L/min

载气流量：0.7L/min

氩气压力：445~447kpa

水清洗时间：30s

样品液清洗时间：65s

3.2.3.3 氩气， $\geq 99.5\%$

3.2.3.4 超声波清洗仪

3.2.3.5 恒温水浴振荡器，能控制温度  $60^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  的往复式振荡器或回旋式振荡器。

### 3.2.4 实验室样品制备

按GB/T 8571-2008 规定制备实验室样品。

### 3.2.5 试样称量

称取含有100mg~200mg五氧化二磷的试样，精确至0.0001g。

### 3.2.6 水溶性磷的提取

方法1：按3.1.4.6进行。

方法2：按3.1.4.3要求称取试样，置于250mL容量瓶，加入150mL水，将量瓶置于超声波清洗仪中提取6~8min，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初的50mL滤液。

### 3.2.7 有效磷的提取

方法1：按3.1.4.5.1进行。

方法2：按3.1.4.5.2进行。

### 3.2.8 分析步骤

#### 3.2.8.1 工作曲线的绘制

用移液管依次吸取磷标准贮备液（3.2.2.4）0.0、0.2、0.4、0.8、1.0ml，分别置于5个100mL的量瓶中，加入0.6mL柠檬酸溶液（3.2.2.2）或EDTA溶液（3.2.2.3），用水稀释至刻度，混匀。用ICP依次测定标准溶液发光强度。

以各标准溶液中磷的质量为横坐标，相应的发光强度为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 3.2.8.2 测定

##### 3.2.8.2.1 水溶磷含量的测定

吸取上述3.2.6滤液1.0mL，置于250mL容量瓶中，加入0.6mL柠檬酸溶液（3.2.2.2）或EDTA溶液（3.2.2.3）；在与测定标准溶液相同的条件下，测得试样溶液的发光强度，在工作曲线上查出相应的磷浓度。

注1：测定水溶性磷时，若单独测定，不与有效磷共用工作曲线时，则测定水溶性磷的工作曲线系列溶液及水溶性磷的待测液中不应加入柠檬酸溶液或EDTA溶液。

注2：若提取有效磷用柠檬酸溶液时，则工作曲线系列溶液、水溶性磷待测液中加入柠檬酸溶液；否则，加入EDTA溶液。

##### 3.2.8.2.2 有效磷含量的测定

吸取上述3.2.7滤液1.0mL，置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。在与测定标准溶液相同的条件下，测得试样溶液的发光强度，在工作曲线上查出相应的磷浓度。

### 3.2.9 分析结果的表述

3.2.9.1 水溶性磷的含量（ $X_1$ ）及有效磷含量（ $X_2$ ），以五氧化二磷（ $P_2O_5$ ）质量百分数（%）表示，按式（4）和式（5）计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_A \times \frac{V_A}{250}} \times 10^{-6} \times 100 \quad \text{----- (4)}$$

$$X_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_B \times \frac{V_B}{250}} \times 10^{-6} \times 100 \quad \text{----- (5)}$$

式中： $m_1$ ——测定水溶性磷时，从工作曲线上查出的试样溶液中五氧化二磷的质量，ug；

$m_2$ ——测定水溶性磷时，从工作曲线上查到的空白溶液中五氧化二磷的质量，ug；

$m_3$ ——测定有效磷时，从工作曲线上查出的试样溶液中五氧化二磷的质量，ug；

$m_4$ ——测定有效磷时，从工作曲线上查到的空白溶液中五氧化二磷的质量，ug；

$m_A$ ——测定水溶性磷时，试样的质量，g；

$m_B$ ——测定有效磷时，试样的质量，g；

$v_A$ ——测定水溶性磷时，所取试样溶液的体积，mL。

$v_B$ ——测定有效磷时，所取试样溶液的体积，mL。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，所得的结果表示至二位小数。

### 3.2.9.2 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%

### 3.2.9.3 肥料中水溶磷占有效磷的百分率 ( $X_3$ ) 按式 (6) 计算：

$$X_3 = \frac{X_1}{X_2} \times 100 \quad \text{----- (6)}$$

式中：

$X_1$ ——水溶性磷含量，%；

$X_2$ ——有效磷含量，%。

计算结果表示至小数点后一位。