



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX
代替 GB/T 8573-2010

复混肥料中有效磷含量的测定

Determination of available phosphorus content
for compound fertilizers

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（送审稿）

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

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《复混肥料磷含量的测定》。

本标准与GB/T 8573-2010《复混肥料磷含量的测定》的主要差异是：

——增加了水溶性磷的超声提取法；

——增加了有效磷的柠檬酸超声提取法；

——增加了等离子发射光谱法测定提取后的水溶性磷、有效磷。

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（SAC/TC105）归口。

本标准负责起草单位：

本标准主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 8573-1988 复混肥料中有效磷含量的测定

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，及水溶性磷占有效磷百分率的计算方法。

本标准适用于含磷的复混（合）肥料（包括掺混肥料、有机无机复混肥料），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 复混肥料 实验室样品制备

GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

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 方法提要

用水研磨或超声提取水溶性磷，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)震荡或柠檬酸溶液超声提取复混肥料中有效磷后，采用磷钼酸喹啉重量法或等离子体发射光谱法测定磷的含量。水溶性磷测定以研磨后重量法测定为仲裁法，有效磷测定以震荡后重量法测定为仲裁法。

4 试验方法

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。

4.1 试样溶液的制备

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液，37.5g/L；

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

4.1.1.2 柠檬酸溶液，20g/L

称取20.0g柠檬酸于1000mL烧杯中，加入少量水溶解，用水稀释至1000mL，混匀。

4.1.2 仪器

4.1.2.1 通常实验室用仪器。

4.1.2.2 超声清洗仪，温度可调至80℃，超声功率3kw。

4.1.2.3 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。

4.1.3 操作步骤

4.1.3.1 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）。

4.1.3.2 试样称量

称取含有100mg~200mg五氧化二磷的试样，精确至0.0002g。

4.1.3.3 水溶性磷的提取

4.1.3.3.1 按4.1.3.2要求称取试样，置于75mL的瓷蒸发器中，加25mL水研磨，将清液倾注过滤于预先加入5mL硝酸溶液的250mL量瓶中。继续用水研磨三次，每次用25mL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200mL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。

4.1.3.3.2 按4.1.3.2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(超声清洗仪液面高于容量瓶内液面)，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。

4.1.3.4 有效磷的提取

4.1.3.4.1 按4.1.3.2要求，另外称取试样置于滤纸上，用滤纸包裹试样，塞入250mL量瓶中，加入150mLEDTA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(4.1.2.3)中，保温振荡1h(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C，供测定有效磷用。

4.1.3.4.2 以磷酸一铵、磷酸二氢钾、硝磷复肥作为磷源的复肥，按4.1.3.2要求称取试样，置于250mL容量瓶，加入150mL柠檬酸溶液(4.1.1.2)，将量瓶置于超声波清洗仪(4.1.2.2)中提取(6~8)min(超声清洗仪液面高于容量瓶内液面)，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初部分滤液，即得溶液D，供测定有效磷用。

4.2 磷含量测定

4.2.1 重量法

4.2.1.1 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。

4.2.1.2 试剂和材料

4.2.1.2.1 喹钼柠酮试剂。

4.2.1.2.2 硝酸溶液，1+1。

4.2.1.3 仪器

4.2.1.3.1 通常实验室用仪器。

4.2.1.3.2 电热恒温干燥箱，温度能维持 $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.1.3.3 玻璃坩埚式滤器，4号，容积 30mL。

4.2.1.4 分析步骤

4.2.1.4.1 平行测定

做两份试料的平行测定。

4.2.1.4.2 水溶性磷的测定

用单标线吸管吸取25 mL溶液A或B，移入500 mL烧杯中，加入10mL硝酸溶液，用水稀释至100mL。在电炉上加热至沸，取下，加入35mL喹钼柠酮试剂，盖上表面皿，在电热板上煮沸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。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(4.2.1.3.3)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25mL水，将沉淀移入滤器中，再用水洗涤，所用水共125mL~150mL，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°C 后，干燥45min，取出移入干燥器内，冷却至室温，称量。

4.2.1.4.3 有效磷的测定

用单标线吸管吸取25mL溶液C或溶液D，移入500mL烧杯中，加入10mL硝酸溶液(4.2.1.2.2)，用水稀释至100mL。以下操作按4.2.1.4.2分析步骤进行。

4.2.1.4.4 空白试验

除不加试样外，应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。

4.2.1.4.5 分析结果的表述

4.2.1.4.5.1 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，试样质量的数值，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，试样质量的数值，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。

4.2.1.4.5.2 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%。

4.2.2 等离子体发射光谱法

4.2.2.1 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。

4.2.2.2 试剂与材料

磷标准贮备液，1mg/mL(1mL溶液中含有1mg五氧化二磷)：称取1.92g(精确至0.0002g)于105℃干燥4小时的基准试剂磷酸二氢钾(KH_2PO_4)，溶于水，移入1000mL量瓶中，加入(2~3)mL硝酸，稀释至刻度，混匀。

4.2.2.3 仪器

4.2.2.3.1 通常实验室仪器；

4.2.2.3.2 等离子体发射光谱仪；

4.2.2.4 分析步骤

4.2.2.4.1 工作曲线的绘制

用移液管依次吸取磷标准贮备液(4.2.2.2)0.0、1.0、2.0、3.0、5.0、10.0mL，分别置于6个1000mL的量瓶中，加入6mL柠檬酸溶液(4.1.1.2)或EDTA溶液(4.1.1.1)，用水稀释至刻度，混匀。

进行测定前，根据磷元素性质，参照仪器使用说明书，进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、提升量、积分时间、清洗时间等等最佳工作条件选择，然后，用等离子发射光谱仪测得各标准溶液的辐射强度，以各标准溶液中磷的质量浓度为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制标准曲线或得出回归方程。

注1：不同仪器宜选取不同波长和曲线最高浓度，与仲裁法进行对比选取最佳测定条件。

注2：柠檬酸溶液或EDTA溶液加入量应与待测液一致。

4.2.2.4.2 测定

4.2.2.4.2.1 水溶性磷含量的测定

吸取上述滤液A或滤液B，根据曲线中所含的提取液加入6mL柠檬酸溶液(4.1.1.2)或EDTA溶液(4.1.1.1)；适当稀释后，在与测定标准溶液相同的条件下，测得磷的辐射强度，在工作曲线上查出相应的磷浓度。

注3：测定水溶性磷时，若单独测定，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应不加入柠檬酸溶液或EDTA溶液。

注4：与有效磷共用工作曲线时，根据提取有效磷用的提取溶液，工作曲线系列溶液及水溶性磷待测液中加入柠檬酸溶液或 EDTA 溶液。

注5：有机质对等离子体发射光谱有影响，含有机质的样品不适用于等离子体发射光谱法。

4.2.2.4.2.2 有效磷含量的测定

吸取上述滤液C或滤液D，适当稀释后，在与测定标准溶液相同的条件下，测得磷的辐射强度，在工作曲线上查出相应的磷浓度。

4.2.2.4.3 分析结果的表述

4.2.2.4.3.1 水溶性磷的含量（X₁）及有效磷含量（X₂），以五氧化二磷（P₂O₅）质量百分数（%）表示，按式（3）和式（4）计算：

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times D_1}{m_A} \times 10^{-6} \times 100 \quad \text{----- (3)}$$

$$X_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times D_2}{m_B} \times 10^{-6} \times 100 \quad \text{----- (4)}$$

式中：

m₁——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；

m₂——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；

m₃——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；

m₄——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；

D₁——测定水溶性磷时，试样溶液的稀释倍数。

D₂——测定有效磷时，试样溶液的稀释倍数。

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。

4.2.2.4.3.2 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.40%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.60%

4.2.3 肥料中水溶磷占有有效磷的百分率（X₃）按式（5）计算：

$$X_3 = \frac{X_1}{X_2} \times 100 \quad \text{----- (5)}$$

式中：

X₁——水溶性磷含量，%；

X₂——有效磷含量，%。

计算结果表示至小数点后一位。

4.3 自动分析仪测定法

按GB/T 22923-2008中3.3进行。