



中华人民共和国国家标准

GB/T 8573—2017
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

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 8573—2010《复混肥料有效磷含量的测定》，与 GB/T 8573—2010 相比，主要的技术变化如下：

- 增加了水溶性磷的超声提取法(见 4.1.3.3.2)；
- 增加了有效磷的柠檬酸超声提取法(见 4.1.3.4.2)；
- 增加了等离子发射光谱法测定提取后的水溶性磷、有效磷(见 4.2.2)。

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。

本标准负责起草单位：深圳市芭田生态工程股份有限公司、上海化工研究院、黑龙江省产品质量监督检测研究院、山东省产品质量检验研究院、湖南省产商品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人：章明洪、黄培钊、朱朝霞、梁振芬、张娟、陈红军、陈剑、王露。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8573—1988、GB/T 8573—1999、GB/T 8573—2010。

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有效磷含量的提取和测定方法。

本标准适用于含磷的复混(合)肥料、掺混肥料、有机无机复混肥料中有效磷含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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)振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。

4 试验方法

本标准中所使用的水,在未说明规格时,其 pH 值范围和电导率应符合 GB/T 6682 中的三级水规格;本标准中所用的试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂;本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液,在未说明配制方法时,均按 HG/T 2843 配制。

4.1 试样溶液的制备

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 硝酸溶液,1+1。

4.1.1.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,37.5 g/L:称取 37.5 g EDTA 于 1 000 mL 烧杯中,加入少量水溶解,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.1.1.3 柠檬酸溶液,20 g/L:称取 20.0 g 柠檬酸于 1 000 mL 烧杯中,加入少量水溶解,用水稀释至 1 000 mL,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 300 W。

4.1.2.3 恒温水浴振荡器:能控制温度 60 ℃±2 ℃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

称取两份试料进行平行测定。每份试样含有 100 mg~180 mg 五氧化二磷,精确至 0.000 2 g。

4.1.3.3 水溶性磷的提取

4.1.3.3.1 提取方法一(加水研磨):按 4.1.3.2 要求称取试料,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。

4.1.3.3.2 提取方法二(超声提取):按 4.1.3.2 要求称取试料,置于 250 mL 容量瓶,加入 150 mL 水,将量瓶置于超声波清洗仪中提取 6 min~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 B,供测定水溶性磷用。

4.1.3.4 有效磷的提取

4.1.3.4.1 提取方法一(EDTA 振荡提取):按 4.1.3.2 要求,另外称取试料置于滤纸上,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 °C±2 °C 的恒温水浴振荡器(4.1.2.3)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 C,供测定有效磷用。

4.1.3.4.2 提取方法二(柠檬酸超声提取):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 要求称取试料,置于 250 mL 容量瓶,加入 150 mL 柠檬酸溶液(4.1.1.3),将量瓶置于超声波清洗仪(4.1.2.2)中提取 6 min~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。

注:提取方法二(柠檬酸超声提取)仅适用于以磷酸一铵、磷酸二氢钾、硝磷复肥作为磷源的肥料。

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,温度能控制在 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.1.3.3 玻璃坩埚式滤器,4号,容积 30 mL。

4.2.1.4 分析步骤

4.2.1.4.1 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 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL。在电炉上加热微沸 2 min~3 min,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 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 次~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 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内,待温度达到 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

4.2.1.4.2 有效磷的测定

用单标线吸管吸取 25 mL 溶液 C 或溶液 D,移入 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(4.2.1.2.2),用水稀释至 100 mL。以下操作按 4.2.1.4.1 分析步骤进行。

4.2.1.4.3 空白试验

除不加试样外,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。

4.2.1.4.4 分析结果的表述

4.2.1.4.4.1 分析结果的计算

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)质量分数计,数值以%表示,依次按式(1)和式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_A \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 32.07}{m_A} \dots\dots\dots(1)$$

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.032\ 07}{m_B \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_3 - m_4) \times 32.07}{m_B} \dots\dots\dots(2)$$

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);
- 0.032 07 ——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。

4.2.1.4.4.2 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,1 mg/mL(1 mL 溶液中含有 1 mg 五氧化二磷):

称取 1.92 g(精确至 0.000 2 g)于 105 °C 干燥 4 h 的基准试剂磷酸二氢钾(KH_2PO_4),溶于水,移入 1 000 mL 量瓶中,加入 2 mL~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 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、10.0 mL,分别置于 6 个 1 000 mL 的量瓶中,加入 6 mL 柠檬酸溶液(4.1.1.3)或 EDTA 溶液(4.1.1.2),用水稀释至刻度,混匀。

测定前,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: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。

4.2.2.4.2 测定

4.2.2.4.2.1 水溶性磷含量的测定

吸取上述溶液 A 或溶液 B,加入 6 mL 柠檬酸溶液(4.1.1.3)或 EDTA 溶液(4.1.1.2);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 1: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不加入柠檬酸溶液或 EDTA 溶液。

注 2: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 3: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

吸取上述溶液 C 或溶液 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 分析结果的计算

水溶性磷的含量(w_3)和有效磷含量(w_4),以五氧化二磷(P_2O_5)质量分数计,数值以%表示,依次按式(3)和式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(m_5 - m_6) \times D_3}{m_c} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$w_4 = \frac{(m_7 - m_8) \times D_4}{m_D} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_5 ——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,单位为微克(μg);

m_6 ——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,单位为微克(μg);

m_7 ——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,单位为微克(μg);

m_8 ——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,单位为微克(μg);

m_c ——测定水溶性磷时,试料质量的数值,单位为克(g);

m_D ——测定有效磷时,试料质量的数值,单位为克(g);

D_3 ——测定水溶性磷时,试样溶液的稀释倍数;

D_4 ——测定有效磷时,试样溶液的稀释倍数。

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。

4.2.2.4.3.2 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 自动分析仪测定法

按 GB/T 22923—2008 中 3.3 进行。

4.2.4 肥料中水溶性磷占有有效磷的百分率(X),按式(5)计算:

$$X = \frac{w_{\text{水}}}{w_{\text{有}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$w_{\text{水}}$ ——水溶性磷含量,%;

$w_{\text{有}}$ ——有效磷含量,%。

计算结果表示至小数点后一位。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
复混肥料中有效磷含量的测定
GB/T 8573—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2017年12月第一版 2017年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-55536 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 8573-2017