



中华人民共和国国家标准

GB/T 8573—2010
代替 GB/T 8573—1999

复混肥料中有效磷含量的测定

Determination of available phosphorus content
for compound fertilizers

2010-09-26 发布

2011-03-01 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

本标准是复混肥料试验方法系列标准之一,下面列出了这些系列国家标准:

- GB/T 8571—2008《复混肥料 实验室样品制备》;
- GB/T 8572—2010《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 8573—2010《复混肥料中有效磷含量的测定》;
- GB/T 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》;
- GB/T 8576—2010《复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法》;
- GB/T 8577—2010《复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 24890—2010《复混肥料中氯离子含量的测定》;
- GB/T 24891—2010《复混肥料粒度的测定》。

本标准代替 GB/T 8573—1999《复混肥料中有效磷含量测定》。

本版与前版的主要差异是:根据标准化工作的相关规则,对标准的格式进行了重新编写。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准负责起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、史丹利化肥有限公司。

本标准主要起草人:章明洪、刘赞、武娟、高进华。

本标准于1988年首次发布,1999年第一次修订。

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

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

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 原理

用水和乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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 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。

4.1 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。

4.2 喹钼柠酮试剂;

4.3 硝酸溶液,1+1。

5 仪器

5.1 通常实验室用仪器;

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

5.3 玻璃坩埚式滤器,4号,容积 30 mL;

5.4 恒温水浴振荡器,能控制温度 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的往复式振荡器或回旋式振荡器。

6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

6.1 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)。

6.2 试样称量

称取含有 100 mg~200 mg 五氧化二磷的试样,精确至 0.000 2 g。

6.3 水溶性磷的提取

按 6.2 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。

6.4 有效磷的提取

按 6.2 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 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴振荡器(5.4)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。

6.5 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 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器(5.3)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 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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。

6.6 有效磷的测定

用单标线吸管吸取 25 mL 溶液 B,移入 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(4.3),用水稀释至 100 mL。以下操作按 6.5 分析步骤进行。

6.7 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。

7 分析结果的表述

7.1 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:

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

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

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。

7.2 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%。

7.3 水溶性磷占有有效磷的百分率(X),数值以%表示,按式(3)计算:

$$X = \frac{w_1}{w_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

计算结果表示到小数点后一位。
