

## 前 言

本标准参照 AOAC、ISO 标准,在 ZB G20 005—1987《进口化肥检验方法 磷的测定方法》基础上修订。

本标准对原标准正文内容及部分术语进行了修改并重新编排,增加了精密度试验,完善了标准结构,扩大了标准的适用范围,同时适用于进出口化肥中磷含量的测定。

本标准自实施之日起代替 ZB G20 005—1987。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国烟台出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:李风琪、赵祖亮、武维莉。

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

## 进出口化肥检验方法

### 磷的测定

SN/T 0736.6—1999

代替 ZB G20 005—1987

Chemical analysis of fertilizers for import and export  
—Determination of phosphorus content

#### 1 范围

本标准规定了进出口化肥的总磷、水溶磷和有效磷含量的测定方法。

本标准适用于复合肥、三料过磷酸钙、磷酸氢二铵等化肥中磷含量的测定。

#### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样和制样

#### 3 试剂

本标准除特殊规定外,均使用分析纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

3.1 盐酸:密度 1.19 g/cm<sup>3</sup>。

3.2 盐酸:1+5 溶液。

3.3 硝酸:密度 1.42 g/cm<sup>3</sup>。

3.4 硝酸:1+1 溶液。

3.5 王水(盐酸:硝酸=3:1)。

3.6 高氯酸:72%。

3.7 喹钼柠酮溶液

溶液(1):溶解 70 g 钼酸钠于 150 mL 水中;

溶液(2):溶解 60 g 柠檬酸于 85 mL 硝酸(3.3)和 150 mL 水的混合液中;

溶液(3):在不断搅拌下,将溶液(1)缓缓加入溶液(2)中;

溶液(4):取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸(3.3)和 100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,将溶液(4)缓缓加入溶液(3)中,放置暗处 24 h 后,加入丙酮 280 mL,用水稀释至 1 L,混匀。贮于聚乙烯瓶中,放置暗处,用时过滤。

3.8 中性柠檬酸铵溶液

溶解 450 g 柠檬酸三铵于适量水中,小心滴加氨水,用 pH 计准确校正溶液的 pH 值等于 7,然后用水稀释,使其在 20℃时,溶液的密度为 1.09 g/cm<sup>3</sup>。

3.9 2%柠檬酸溶液

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 1999-12-30 批准

2000-05-01 实施

称取 20 g 柠檬酸,溶于适量水中,稀释至 1 L,混匀。

#### 4 仪器

玻璃坩埚:4 号,容积 30 mL。

#### 5 取样与试样的制备

按 SN/T 0736.1 制备样品。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 总磷含量的测定——磷钼酸喹啉重量法

###### 6.1.1 方法概要

试样用王水和高氯酸分解,加稀盐酸使可溶性盐溶解,在硝酸溶液中,磷酸根和喹钼柠酮形成黄色的磷钼酸喹啉沉淀,经 180℃ 干燥至恒重。

###### 6.1.2 试液制备

称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 王水,盖上表面皿,用小火徐徐加热溶解,加 8 mL 高氯酸,加热至冒白烟半小时,稍冷,加入 40 mL 盐酸(3.2)微热,使可溶性盐全部溶解,冷却,将溶液移入 250 mL 或 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,干滤。

###### 6.1.3 沉淀

准确吸取 25 mL 上述滤液或适量(相当于含  $P_2O_5$  30 mg 左右)于 500 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(3.4),用水稀释至 100 mL,混匀,加热煮沸,趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,微沸 1 min(不搅拌),冷却至室温,在冷却过程中转动锥形瓶二至三次。

###### 6.1.4 过滤和洗涤

用预先在 180℃ 干燥至恒重的玻璃坩埚抽滤沉淀。先将上层清液过滤,然后用倾泻法洗涤沉淀二次,最后将沉淀移入坩埚中,用水洗涤四至五次,用滤纸将坩埚底部的水分吸干。

###### 6.1.5 干燥和称重

将坩埚连同沉淀于 180℃ 干燥 1 h,取出置于干燥器内,冷却至室温,称重,直至恒重。

###### 6.1.6 空白试验

与试样同时进行空白试验。

###### 6.1.7 分析结果的表述

总磷( $P_2O_5$ )的百分含量按式(1)计算。

$$\text{总磷}(P_2O_5\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

$m_2$ ——试剂空白的磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

0.032 07——磷钼酸喹啉 $[(C_9H_7N)_3 \cdot H_3PO_4 \cdot 12MoO_3]$ 换算成五氧化二磷( $P_2O_5$ )的系数;

$m$ ——所取试液中的试样质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

注:坩埚的洗涤,可先用水冲洗沉淀,再用氨水(1+1)洗涤,最后用热蒸馏水抽洗几次,烘干备用。

##### 6.2 水溶磷含量的测定——磷钼酸喹啉重量法

###### 6.2.1 方法概要

试样用 20~25℃ 水淋洗,滤液加硝酸酸化,用喹钼柠酮溶液沉淀磷,经 180℃ 干燥至恒重。

###### 6.2.2 试液制备

###### 6.2.2.1 复合肥等

称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g)置于 11 cm 加有纸浆的中速滤纸的漏斗上,下用 250 mL 容量瓶承接,用 20~25℃ 水淋洗,每次洗涤时,水和试样必须充分混和,并使水完全滤尽后,再加第二次,洗至滤液为 200 mL 左右,加 4 mL 硝酸(3.4),使溶液澄清,然后用水稀释至标线,混匀。

#### 6.2.2.2 磷酸氢二铵和三料过磷酸钙等

称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g)置于 11 cm 加有纸浆的中速滤纸的漏斗上,下用 500 mL 容量瓶承接,用 20~25℃ 水淋洗,以下操作按 6.2.2.1,洗至滤液为 400 mL 左右,加 4 mL 硝酸(3.4),然后用水稀释至标线,混匀。

#### 6.2.3 沉淀

准确吸取 25 mL 上述滤液(6.2.2.1 或 6.2.2.2)或适量(相当于含  $P_2O_5$  30 mg 左右)于 500 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硝酸(3.4),用水稀释至 100 mL,混匀,加热微沸 10 min,趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,微沸 1 min(不搅拌),冷却至室温。在冷却过程中转动锥形瓶二至三次。

#### 6.2.4 过滤、洗涤、干燥、称重、空白试验

按 6.1.4~6.1.6 进行。

#### 6.2.5 分析结果的表述

水溶磷( $P_2O_5$ )的百分含量按(1)式计算。

### 6.3 有效磷含量的测定——磷钼酸喹啉重量法

#### 6.3.1 中性柠檬酸铵浸取法

##### 6.3.1.1 方法概要

试样用中性柠檬酸铵溶液在 65℃ 浸取,或先用水,后用中性柠檬酸铵溶液分别浸取,浸取液加硝酸水解后,用喹钼柠酮溶液沉淀磷,经 180℃ 干燥至恒重。

##### 6.3.1.2 试液制备

###### a) 复合肥等——一次浸取

称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 100 mL 预热至 65℃ 的中性柠檬酸铵溶液,紧塞瓶盖,剧烈振荡容量瓶(或用旋转振荡器),并将容量瓶放入 65℃ 水浴中 1 h。每 10 min 摇动一次,每次略启瓶盖,以泄放瓶内压力,取出立即冷却,并加水稀释至标线,混匀。放置 2 h 以上,干滤。

###### b) 磷酸氢二铵和三料过磷酸钙等——分别浸取

称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g),以下操作按 6.2.2.2,此为“试液 1”。

将上述留在滤纸上的残渣连同滤纸一并投入另一 500 mL 容量瓶中,加入 100 mL 预热至 65℃ 的中性柠檬酸铵溶液,紧塞瓶盖,剧烈振荡容量瓶(或用旋转振荡器),使滤纸碎为纸浆,将容量瓶放入 65℃ 水浴中 1 h,以下操作按 6.3.1.2a),此为“试液 2”。

##### 6.3.1.3 沉淀

a) 准确吸取上述溶液(6.3.1.2a))25 mL 或适量(相当于含  $P_2O_5$  30 mg 左右)。

b) 准确吸取上述溶液(6.3.1.2b))中“试液 1”25 mL 和“试液 2”25 mL 或适量(相当于含  $P_2O_5$  30 mg 左右)于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.4),加水稀释至 100 mL,加热煮沸 10 min,以下操作按 6.2.3。

#### 6.3.1.4 过滤、洗涤、干燥、称重、空白试验

按 6.1.4~6.1.6 进行。

#### 6.3.1.5 分析结果的表述

有效磷( $P_2O_5$ )的百分含量按(1)式计算。

复合肥也可采用上述分别萃取法。

也可将“试液 1”中的水溶磷和“试液 2”中的柠檬酸铵溶液分别测定其含磷量。

有效磷( $P_2O_5\%$ ) = 水溶磷( $P_2O_5\%$ ) + 柠檬酸铵溶磷( $P_2O_5\%$ )

#### 6.3.2 2% 柠檬酸溶液浸取法

## 6.3.2.1 方法概要

试样用 2% 柠檬酸溶液浸取,浸取液加硝酸水解后,用喹钼柠酮溶液沉淀磷,经 180℃ 干燥至恒重。

## 6.3.2.2 试液制备

称取试样 1 g (准确至 0.000 2 g) 于 250 mL 容量瓶中,加入 100 mL 20~25℃ 的 2% 柠檬酸溶液 (3.9), 紧塞瓶盖,剧烈振荡容量瓶 1 h (或用旋转振荡器),立即用水稀释至标线,混匀,干滤。

## 6.3.2.3 沉淀

按 6.3.1.3 进行。

## 6.3.2.4 过滤、洗涤、干燥、称重、空白试验

按 6.1.4~6.1.6 进行。

## 6.3.2.5 分析结果的表述

有效磷 ( $P_2O_5$ ) 的百分含量按 (1) 式计算。

## 7 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性 (95% 置信概率)。

7.1 重复性  $r$ 

同一操作者,对同一样品,重复测定两个结果的允许差为重复性  $r$ 。小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值。大于或等于允许差,测定精密度不合格,要查明原因,重做试验。

7.2 再现性  $R$ 

对同一样品,两个实验室各重复测定二次,得到平均值  $\bar{Y}_1$  与  $\bar{Y}_2$ ,比较其允许差为  $\sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}$ 。

小于允许差,测定精密度合格,取  $\bar{Y}_1$  与  $\bar{Y}_2$  的平均值为最终值。

大于或等于允许差,测定精密度不合格,查明原因,重做试验。

## 7.3 化肥中磷含量测定结果的重复性和再现性

化肥中磷含量测定结果的重复性和再现性见表 1。

表 1 化肥中磷含量测定结果的重复性和再现性

%

统计值	项 目 品 名	总 磷		水 溶 磷			有 效 磷		
		复合肥	三料过 磷酸钙	复合肥	磷酸 氢二铵	三料过 磷酸钙	复合肥	磷酸 氢二铵	三料过 磷酸钙
重复性 $r$		0.20	0.40	0.20	0.35	0.35	0.20	0.20	0.35
再现性 $R$		0.50	1.0	0.40	0.85	0.65	0.40	0.60	0.75