

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2541—2014

---

## 肥料 磷含量的测定

**Fertilizers—Determination of phosphorus content**

2014-03-24 发布

2014-06-01 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心(北京)、农业部肥料质量监督检验测试中心(成都)。

本标准主要起草人：刘蜜、范洪黎、肖瑞琴、何权、韩岩松、林茵。

## 肥料 磷含量的测定

### 1 范围

本标准规定了肥料中磷含量测定的重量法、等离子体发射光谱法和分光光度法等试验方法。

本标准适用于固体或液体肥料中总磷、水溶性磷和有效磷含量的测定。本标准也适用于土壤调理剂。

### 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。

HG/T 3696 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

### 3 试样的制备

固体样品缩分至 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

### 4 试样溶液的制备

#### 4.1 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 3696 规定执行。

##### 4.1.1 硫酸。

##### 4.1.2 30%过氧化氢。

##### 4.1.3 高氯酸。

##### 4.1.4 王水。

##### 4.1.5 盐酸溶液:1+5。

##### 4.1.6 硝酸溶液:1+1。

##### 4.1.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $\rho(\text{EDTA})=37.5 \text{ g/L}$ 。

##### 4.1.8 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

##### 4.1.9 柠檬酸溶液: $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O})=20 \text{ g/L}$ 。

##### 4.1.10 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

#### 4.2 仪器

##### 4.2.1 通常实验室仪器。

##### 4.2.2 恒温振荡器或恒温水浴振荡器。

#### 4.3 制备方法

##### 4.3.1 制备方法的选择

总磷含量测定采用硫酸—过氧化氢或王水—高氯酸处理方法;水溶性磷含量测定采用水处理方法;有效磷含量测定采用 37.5 g/L EDTA 溶液、0.1 mol/L 硝酸溶液、20 g/L 柠檬酸溶液或 0.5 mol/L 盐

#### 酸溶液处理方法。

注:EDTA 溶液适用于复混肥料、磷酸铵、过磷酸钙、硝酸磷肥等;硝酸溶液适用于水溶肥料;柠檬酸溶液适用于钙镁磷肥等。

#### 4.3.2 用硫酸—过氧化氢处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL~10 mL 硫酸(4.1.1)和 3 mL~5 mL 过氧化氢(4.1.2),小心摇匀,放上小漏斗,缓慢加热至沸腾,继续加热保持 30 min。取下,若溶液未澄清,稍冷后,再加入 3 mL~5 mL 过氧化氢,加热至沸腾并保持 30 min,如此反复进行,直至溶液为无色或浅色清液。继续加热 10 min,冷却,将溶液转移入 250 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

注:加入硫酸和过氧化氢后可浸泡过夜后再加热。

#### 4.3.3 用王水—高氯酸处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 王水(4.1.4),放上小漏斗,用小火徐徐加热至近干,稍冷,加 8 mL 高氯酸(4.1.3),加热至冒白烟,待溶液变成白色或浅色后,稍冷,加入 40 mL 盐酸溶液(4.1.5),微微加热,使可溶性盐全部溶解,冷却,将溶液转移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

注:加入王水后可浸泡过夜后再加热,加入高氯酸后注意不能蒸干。

#### 4.3.4 用水处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),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(4.1.6)的 250 mL 容量瓶中。继续用水研磨 3 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,待容量瓶中溶液达 200 mL 为止。最后用水稀释至刻度,混匀。

#### 4.3.5 用 37.5 g/L EDTA 溶液处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 60℃的 EDTA 溶液(4.1.7),塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散于溶液中,置于(60±2)℃的恒温振荡器(4.2.2)中,振荡 1 h(振荡频率以容量瓶内试料能自由翻动即可)。然后取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

#### 4.3.6 用 0.1 mol/L 硝酸溶液处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸溶液(4.1.8),摇动容量瓶使试料分散于溶液中,静置 20 min,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

#### 4.3.7 用 20 g/L 柠檬酸溶液处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先调节到 28℃~30℃的柠檬酸溶液(4.1.9),塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散于溶液中,置于 28℃~30℃的恒温振荡器(4.2.2)中,振荡 1 h(振荡频率以容量瓶内试料能自由翻动即可)。然后取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

#### 4.3.8 用 0.5 mol/L 盐酸溶液处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先调节至 28℃~30℃的盐酸溶液(4.1.10),塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散于溶液中,置于 28℃~30℃的恒温振荡器(4.2.2)中,振荡 30 min(振荡频率以容量瓶内试料能自由翻动即可),然后取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

## 5 测定

### 5.1 重量法

### 5.1.1 原理

试样溶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。

### 5.1.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 3696 规定执行。

#### 5.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

#### 5.1.2.2 喹钼柠酮试剂。

溶液 A:溶解 70 g 钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于 100 mL 水中;

溶液 B:溶解 60 g 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )于 100 mL 水中,加 85 mL 硝酸;

溶液 C:在不断搅拌下,将溶液 A 缓慢加入到溶液 B 中,混匀;

溶液 D:取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸和 100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,将溶液 D 缓慢加入溶液 C 中,混匀后静置过夜,用滤纸过滤,滤液加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 L,摇匀,贮于聚乙烯瓶中,放置暗处,避光避热。

### 5.1.3 仪器

#### 5.1.3.1 通常实验室仪器。

#### 5.1.3.2 恒温干燥箱:温度可控制在 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

#### 5.1.3.3 玻璃坩埚式滤器:4号(滤板孔径 $4\ \mu\text{m} \sim 7\ \mu\text{m}$ ),容积 30 mL。

### 5.1.4 分析步骤

#### 5.1.4.1 试样溶液的测定

用单标线吸管吸取含有五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )10 mg~20 mg 的试样溶液,置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(5.1.2.1),加水至 100 mL。盖上表面皿,在电炉上加热至微沸,取下烧杯,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂(5.1.2.2),盖上表面皿,在电炉上微沸 1 min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,用少量水冲洗表面皿,冷却至室温。

用预先在 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱(5.1.3.2)内干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器(5.1.3.3)抽滤,先将上层清液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀 1 次~2 次(每次用水 25 mL),将沉淀全部转移至滤器中,滤干后再用水洗涤沉淀多次(所用水共 125 mL~150 mL)。将沉淀连同滤器置于干燥箱(5.1.3.2)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。

#### 5.1.4.2 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

### 5.1.5 分析结果的表述

磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )含量以质量分数 $\omega$ 计,数值以百分率表示,按式(1)计算。

$$\omega = \frac{(m_1 - m_0)V_1 \times 0.03207}{mV_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$  —— 磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);
- $m_0$  —— 空白试验磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);
- $V_1$  —— 试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- 0.03207 —— 磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;
- $m$  —— 试料的质量,单位为克(g);
- $V_2$  —— 吸取的试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

### 5.1.6 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果允许差应符合表 1 的要求。

表 1

磷(P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )的质量分数, %	≤30.00	>30.00
平行测定结果的绝对差值, %	≤0.20	≤0.30
不同实验室结果的绝对差值, %	≤0.30	≤0.60

5.2 等离子体发射光谱法

5.2.1 原理

试样溶液中的磷在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,发射强度与磷原子浓度成正比。

5.2.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 3696 规定执行。

5.2.2.1 磷标准溶液:ρ(P)=1 000 μg/mL。

5.2.2.2 高纯氩气:纯度 99.99%以上。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 等离子体发射光谱仪。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标准曲线的绘制

分别吸取磷标准溶液(5.2.2.1)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 6 个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列溶液磷的质量浓度分别为 0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 213.618 nm 处测定各标准溶液的发射强度。以标准系列溶液磷的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的发射强度为纵坐标,绘制标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准系列溶液的质量浓度。

5.2.4.2 试样溶液的测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得磷的发射强度,在标准曲线上查出相应磷的质量浓度(μg/mL)。

5.2.4.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

5.2.5 分析结果的表述

磷(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)含量以质量分数 ω 计,数值以百分率表示,按式(2)计算。

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0)DV_1 \times 2.292}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ<sub>1</sub> ——由标准曲线查出的试样溶液磷的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ<sub>0</sub> ——由标准曲线查出的空白溶液磷的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- V<sub>1</sub> ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- 2.292 ——磷质量换算为五氧化二磷质量的系数;
- m ——试料的质量,单位为克(g);

$10^6$  ——将克换算成微克的系数,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

### 5.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于5%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于10%。

当测定结果小于0.15%时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不做要求。

注:相对相差为两次测定结果绝对差值与其均值之比。

## 5.3 分光光度法

### 5.3.1 原理

在一定酸度下,试样溶液中的磷酸根离子与偏钒酸和钼酸反应形成黄色三元杂多酸。在一定磷浓度范围内,吸光度与含磷量呈正比例关系,用分光光度法测定磷含量。

### 5.3.2 试剂与材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按HG/T 3696规定执行。

5.3.2.1 钒钼酸铵试剂:在不断搅拌下,将溶液A{称取25.0g钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于400mL水中}缓缓注入溶液B[称取1.25g偏钒酸铵 $(\text{NH}_4\text{VO}_3)$ 溶于300mL沸水中,冷却后加250mL硝酸,冷却]中,用水稀释至1L,混匀,贮于棕色瓶中。

5.3.2.2 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=100\text{ g/L}$ 。

5.3.2.3 硫酸溶液: $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=50\text{ mL/L}$ 。

5.3.2.4 磷标准储备溶液: $\rho(\text{P})=1\ 000\ \mu\text{g/mL}$ 。

5.3.2.5 磷标准溶液: $\rho(\text{P})=50\ \mu\text{g/mL}$ 。

5.3.2.6 2,4-二硝基酚指示剂(或2,6-二硝基酚指示剂): $\rho[\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}(\text{NO}_2)_2]=2\text{ g/L}$ 。

### 5.3.3 仪器

5.3.3.1 通常实验室仪器。

5.3.3.2 分光光度计,配1cm比色皿。

### 5.3.4 分析步骤

#### 5.3.4.1 标准曲线的绘制

吸取磷标准溶液(5.3.2.5)0mL、1.00mL、2.50mL、5.00mL、7.50mL、10.00mL、15.00mL分别置于7个50mL容量瓶中,加水至30mL左右,加2滴2,4-二硝基酚指示剂(或2,6-二硝基酚指示剂)(5.3.2.6),用氢氧化钠溶液(5.3.2.2)和硫酸溶液(5.3.2.3)调至刚呈微黄色,加10.0mL钒钼酸铵试剂(5.3.2.1),摇匀,用水定容。此标准系列溶液含磷0 $\mu\text{g}$ 、50 $\mu\text{g}$ 、125 $\mu\text{g}$ 、250 $\mu\text{g}$ 、375 $\mu\text{g}$ 、500 $\mu\text{g}$ 、750 $\mu\text{g}$ 。在室温下放置20min后,在分光光度计(5.3.3.2)450nm波长处用1cm比色皿进行比色,以0 $\mu\text{g}$ 的标准溶液调零,读取吸光度。以标准系列溶液中磷的质量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

#### 5.3.4.2 试样溶液的测定

吸取含磷50 $\mu\text{g}$ ~750 $\mu\text{g}$ 的试样溶液于50mL容量瓶中,加水至30mL,与标准系列溶液同样条件下显色、比色,以空白试验溶液调零,读取吸光度。在标准曲线上查出相应磷的质量( $\mu\text{g}$ )。

#### 5.3.4.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

#### 5.3.5 分析结果的表述

磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )含量以质量分数 $\omega$ 计,数值以百分率表示,按式(3)计算。

$$\omega = \frac{m_2 V_1 \times 2.292}{m V_2 \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $m_2$  ——由标准曲线查出的试样溶液中磷的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V_1$  ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- 2.292——磷质量换算为五氧化二磷质量的系数;
- $m$  ——试料的质量,单位为克(g);
- $V_2$  ——吸取的试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $10^6$  ——将克换算成微克的系数,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

### 5.3.6 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果允许差应符合表 2 的要求。

表 2

磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的质量分数, %	$\leq 2.00$	$> 2.00$
平行测定结果的绝对差值, %	$\leq 0.10$	$\leq 0.20$
不同实验室结果的绝对差值, %	$\leq 0.20$	$\leq 0.40$

## 6 水溶性磷占有有效磷的百分率

水溶性磷占有有效磷的百分率  $X$  按式(4)计算。

$$X = \frac{\omega_1}{\omega_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $\omega_1$  ——试样中水溶性磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的质量分数;
- $\omega_2$  ——试样中有效磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的质量分数。

结果保留到小数点后一位。

## 7 质量浓度的换算

液体试样磷含量以质量浓度  $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)$  计,单位为克每升(g/L),按式(5)计算。

$$\rho(\text{P}_2\text{O}_5) = 1\,000\omega\rho \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- 1 000 ——将克每毫升换算为克每升的系数,单位为毫升每升(mL/L);
- $\omega$  ——试样中磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的质量分数;
- $\rho$  ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后一位。

液体试样密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。