

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0566—1996

上海市技术监督情报研究所  
登记号 QT973635

### 进出口磷酸铝钙中有效磷的测定

Determination of available phosphorus for import  
and export calcined aluminium phosphate

1996-09-25 发布

1997-01-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

## 前 言

本标准非等效采用了欧洲经济共同体委员会指令——各成员国关于肥料取样和分析方法的规定。  
本标准以保温萃取法代替欧洲经济共同体委员会指令中的机械振荡萃取法,检验时间缩短了 18 h。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准起草单位:烟台进出口商品检验局。

本标准主要起草人:王洪来、武维莉、刘晓燕。

# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

## 进出口磷酸铝钙中有效磷的测定

SN/T 0566—1996

Determination of available phosphorus for import  
and export calcined aluminium phosphate

### 1 范围

本标准规定了磷酸铝钙有效磷的测定方法。  
本标准适用于磷酸铝钙有效磷含量的测定。

### 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。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准均为有效。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。

SN/T 0569—1996 进口化肥检验方法 取样制样方法

### 3 方法提要

试样经碱性柠檬酸铵溶液在 50℃ 下萃取,萃取液经硝酸酸化,加热水解,用喹钼柠酮溶液沉淀磷,沉淀经 180℃ 干燥至恒重。

### 4 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为蒸馏水或等同纯度的水。

#### 4.1 硝酸(密度 1.4 g/mL)。

#### 4.2 碱性柠檬酸铵溶液:此溶液每升含 400 g 一水柠檬酸( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ )和 153 g 氨。其游离氨含量约 55 g/L。

将 463 g 柠檬酸三铵溶解在 280 mL 氨水( $NH_3$  含量 20%)和 200 mL 水中,用水稀释至 1 L。

#### 4.3 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 一水柠檬酸于 85 mL 硝酸和 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。

### 5 仪器、设备

#### 5.1 可控制温度在 $50 \pm 2^\circ C$ 的恒温水浴。

#### 5.2 其他常规实验室仪器。

## 6 取样和制样

6.1 取样:按照 SN/T 0569 进出口化肥检验方法取样制样方法进行。

6.2 试样制备:试样经研磨至全部通过 150  $\mu\text{m}$  筛。

## 7 分析步骤

### 7.1 试液制备

7.1.1 称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 75 mL 玻璃研钵中,加入 10 滴碱性柠檬酸铵溶液湿润,仔细研磨。加入 20 mL 碱性柠檬酸铵溶液,仔细研磨萃取。放置约 1 min,将上层水解液倾入 500 mL 容量瓶中。钵中残渣继续如上研磨、萃取四次。这样至第五次结束时,全部试样都倒于容量瓶中。

以上操作所用碱性柠檬酸铵溶液共 100 mL。用 40 mL 水将研钵等洗净,洗液并于容量瓶中。

以上操作应于  $20 \pm 5^\circ\text{C}$  室温下进行。

7.1.2 将具塞的容量瓶置于  $50 \pm 2^\circ\text{C}$  的水浴中,从温度恢复到  $50^\circ\text{C}$  开始计起保温萃取 4 h。每 30 min 取出振摇 1 min,每次略启瓶塞,以泄放瓶内压力。取出冷至室温后用水定容。干滤。

### 7.2 沉淀

准确提取上述滤液 20 mL(相当于  $\text{P}_2\text{O}_5$  10 mg 左右)于 500 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,加热至微沸,保持 30 min。用水冲洗锥形瓶内壁,并补充水至 100 mL。再次微沸后,加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,微沸 1 min,冷却至室温。冷却过程中转动锥形瓶二到三次。

### 7.3 过滤和洗涤

用预先在  $180 \pm 2^\circ\text{C}$  干燥至恒重的四号玻璃坩埚抽滤沉淀。先将上层清液过滤,然后用倾泻法洗涤沉淀二次,最后将沉淀移于坩埚中,用水洗涤四到五次,用滤纸将坩埚底部的水吸干。

### 7.4 干燥和称重

将坩埚连同沉淀置于  $180 \pm 2^\circ\text{C}$  烘箱中干燥 1 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,称重,直至恒重。

### 7.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

## 8 分析结果的表述

磷酸铝钙有效磷(以  $\text{P}_2\text{O}_5$  计)的百分含量按下式计算:

$$\text{P}_2\text{O}_5(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m} \times 100$$

式中:  $m$ ——所取试液中试样的质量, g;

$m_1$ ——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  $[(\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_3\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3]$  换算成五氧化二磷( $\text{P}_2\text{O}_5$ )的系数。

## 9 精密度

用以下数值判断检测结果的可靠性(95%置信概率):

### 9.1 重复性 $r$

同一操作者,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,重做实验。

本标准规定重复性  $r < 0.20(\%)$ 。

### 9.2 再现性 $R$

两个实验室各重复测定两次,得到平均值  $\bar{Y}_1$  与  $\bar{Y}_2$ ,比较其允许差为  $\sqrt{R^2 - r^2}/2$ 。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,重做实验。

本标准规定再现性  $R < 0.30(\%)$ 。

---



SN/T0566-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷 书号:155066·2-11251