



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3808—2014

---

## 磷酸二铵中总磷含量测定 X 射线荧光光谱法

Determination of total phosphorus content in diammonium phosphate—  
X-ray fluorescence spectrometry

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国满洲里出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘本纬、杜玉荣、肖建光、刘振伟、田城。

## 磷酸二铵中总磷含量测定 X 射线荧光光谱法

### 1 范围

本标准规定了用波长色散 X 射线荧光光谱仪测定磷酸二铵中总磷( $P_2O_5$ )含量的方法。

本标准适用于磷酸二铵中总磷( $P_2O_5$ )含量的测定。测定范围(质量分数)为 36.85%~49.13%。

### 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 10209.3 磷酸一铵、磷酸二铵中水分的测定

JJG 810 波长色散 X 射线荧光光谱仪

### 3 方法摘要

将样品制备成硼酸盐玻璃状熔融样片。测量样片中磷元素以及影响元素特征谱线的 X 射线荧光强度,根据校准曲线得出总磷( $P_2O_5$ )含量。

### 4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

4.1 四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂(67:33),X 射线荧光专用试剂。使用前在 650 °C 下灼烧 4 h,然后在干燥器中冷却、储存。

4.2 溴化锂。

4.3 磷酸二铵,高纯试剂或标准物质。于 50 °C、真空度为  $6.4 \times 10^4$  Pa~ $7.1 \times 10^4$  Pa 的真空干燥箱中干燥 2 h,然后在干燥器中冷却。

4.4 无水硫酸钙,在 400 °C 下灼烧 2 h,然后在干燥器中冷却。

4.5 无水硫酸镁,在 250 °C 下烘 2 h,然后在干燥器中冷却。

4.6 二氧化硅,在 1 000 °C 下灼烧 1 h,然后在干燥器中冷却。

4.7 三氧化二铝,在 1 000 °C 下灼烧 1 h,然后在干燥器中冷却。

4.8 三氧化二铁,在 1 000 °C 下灼烧 1 h,然后在干燥器中冷却。

4.9 溴化锂饱和溶液:将溴化锂(4.2)溶于水中至饱和,过滤。

4.10 混合物 A:取 1.2 g 无水硫酸钙(4.4)、1.5 g 无水硫酸镁(4.5)、0.5 g 二氧化硅(4.6)、0.5 g 三氧化二铝(4.7)、0.5 g 三氧化二铁(4.8),研磨混匀,储存在干燥器中。

### 5 仪器

5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪,符合 JJG 810 的规定。

5.2 熔融设备,至少能维持 1 050℃。

5.3 坩埚和模具,由不浸润的铂-金(95% Pt+5% Au)制造。坩埚应具有足够装下熔融所需熔剂和试样的容积,模具底部应光滑平整。

5.4 电子天平,感量 0.1 mg。

## 6 试样

6.1 试样粒度应小于 100 μm。

6.2 试样应预先干燥并进行水分的测定,按照 GB 10209.3 的规定进行。

## 7 样片的制备

### 7.1 试料样片的制备

7.1.1 称取 7.000 0 g 混合熔剂(4.1)和 0.350 0 g 干燥后的试样(6.2)于坩埚中,精确至 0.000 1 g。充分混匀,加入 1 滴溴化锂饱和溶液(4.9)。

7.1.2 设置熔融温度 1 050℃。将坩埚放入熔融设备中熔融 8 min,在此期间摇匀坩埚内熔融物。然后静置 2 min,消除熔融物内的气泡。将熔融物倒入已在熔融设备内预热至少 3 min 的模具中,取出模具,冷却,成型的样片与模具自动剥离。

注 1: 若坩埚底部平整光滑,熔融物也可在坩埚内直接冷却剥离。

注 2: 实验室可根据所用熔融设备调整熔融时间和相关步骤,但应保证所有样片所采用的熔融时间和步骤一致。

### 7.2 标准样片的制备

参照表 1,称取 7.000 0 g 混合熔剂(4.1)和一定质量的磷酸二铵(4.3)、混合物 A(4.10)于坩埚中,精确至 0.000 1 g,加入 1 滴溴化锂饱和溶液(4.9)。然后按照 7.1.2 步骤制备样片。

注:实验室可根据坩埚和模具的大小适当改变试剂、试料用量,但应保证所用试剂、试料的比例与标准相同。

表 1 磷酸二铵标准样片系列

系列号	磷酸二铵质量/g	混合物 A 质量/g	总磷的质量分数/%
1	0.320 0	0.030 0	49.13
2	0.310 0	0.040 0	47.60
3	0.300 0	0.050 0	46.06
4	0.290 0	0.060 0	44.53
5	0.280 0	0.070 0	42.99
6	0.270 0	0.080 0	41.47
7	0.260 0	0.090 0	39.92
8	0.250 0	0.100 0	38.39
9	0.240 0	0.110 0	36.85

注:表中总磷的质量分数为所用试剂均为纯净物时的数值,仅供参考。

### 7.3 目测检查

制好样片后,目测检查样片是否存在未溶解的物质、结晶或气泡等缺陷,有缺陷的样片应该舍弃,

重新制备合格的样片。

#### 7.4 样片的贮存

为了避免样片吸水或受到污染,应将样片趁热放入干燥器。不能用手触及分析表面,不能以任何方式处理,特别不要用水或其他溶剂冲洗、研磨或抛光。

### 8 测量条件

仪器测量条件参见附录 A 中表 A.1,不同仪器可根据仪器实际情况选择合适的测量条件。

### 9 标准曲线

#### 9.1 标准样片的测定

在选定的测量条件下,分别测量标准样品系列中待测元素的谱线强度。

#### 9.2 背景校正

采用单点法扣除背景,按式(1)计算样片中 PK $\alpha$  谱线净强度 R。

$$R = R_p - R_B \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$R_p$  ——峰位谱线强度;

$R_B$  ——背景谱线强度。

#### 9.3 校准曲线的制作

根据测得的标准样片中 PK $\alpha$  谱线净强度以及对应的总磷(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)的质量分数,制作校准曲线。采用内标法,以 RhL $\alpha$  谱线(靶线)为内标;同时采用经验系数法,以 BrK $\alpha$  谱线强度对 PK $\alpha$  谱线强度进行校正。校准方程见式(2)。

$$C = D + E \frac{R}{R_{IS}} (1 + \alpha_j R_j) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$C$  ——样片中总磷(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)的质量分数,%;

$D$  ——校准曲线的截距;

$E$  ——校准曲线的斜率;

$R$  ——PK $\alpha$  谱线净强度;

$R_{IS}$  ——RhK $\alpha$  谱线强度;

$\alpha_j$  ——BrK $\alpha$  谱线基体校正系数;

$R_j$  ——BrK $\alpha$  谱线强度。

### 10 测量

#### 10.1 漂移校正

在测量工作前,应用参与校准曲线的标准样片对仪器进行漂移校正。可采用单点或两点校正,校正间隔依仪器稳定性而定。

SN/T 3808—2014

10.2 试料样片的测量

在选定的测量条件下,测量试料样片各元素的 X 射线荧光强度。

10.3 测量结果的验证

每次测量时,至少使用一个含量相近、类型相同的标准样品或总磷含量已知的试样,验证测量结果。

11 结果计算

根据测出的样片中各元素特征谱线的 X 射线荧光强度,由校准曲线计算得出样片对应的总磷(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)的质量分数。

待测试样的总磷(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)含量 C 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$C = \frac{C_0 \times (100 - M)}{100}$$

.....( 3 )

式中:

C<sub>0</sub>——样片对应的总磷(P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)的质量分数,%;

M——试样中水分的质量分数,%。

计算结果表示到小数点后两位。

12 精密度

由 8 个实验室对 3 个水平的磷酸二铵试样进行方法精密度试验,结果见表 2。

表 2 精密度 %(质量分数)

水平范围	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
39.18~47.95	0.223	0.345

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器参考测量条件

仪器参考测量条件见表 A.1。

表 A.1 仪器参考测量条件

元素谱线	晶体	准直器	检测器	滤光片	电压 kV	电流 mA	峰位 (°)	背景 (°)	峰位、背景测量时间 s
PKα	Ge111	300 μm	流气	—	24	150	141.00	144.64	10,2
BrKα	LiF200	150 μm	闪烁	黄铜(400 μm)	60	60	29.95	—	10
RhLα	Ge111	300 μm	流气	铍(150 μm)	24	150	89.54	—	10