



中华人民共和国国家标准

GB/T 20413—XXXX
代替 GB/T 20413—2017

过 磷 酸 钙

Single superphosphate

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(送审稿)

(本草案完成时间：2026.8)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 20413—2017《过磷酸钙》，与GB/T 20413—2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了挥发性有机物的定义（见3.2，2017年版的3.2）；
- 更改了水溶性磷的技术指标（见4.1、4.2，2017年版的4.1.2、4.2.2）；
- 增加了游离水的质量分数以出厂检验数据为准（见4.1、4.2）；
- 增加了产品中有毒有害物质的限量要求（见4.4）；
- 合并了要素“采样方案”、“样品缩分”和“试样准备”为“取样”（见第5章，2017年版的6.3、6.4和6.5）；
- 增加了水溶性磷的超声提取法（见6.3.1.4.2）；
- 增加了水溶性磷和有效磷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法（见6.3.3）；
- 增加了硫含量测定的试样溶液制备方法（见6.4.3）
- 增加了有毒有害物质的测定（见6.10）；
- 更改了出厂检验和型式检验项目要求（见7.1，2017年版的第6章的6.1）；
- 更改了要素“标识”为“标识和质量证明书”（见第8章，2017年版的第7章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC105）归口。

本文件起草单位：上海化工院检测有限公司、云南省化工行业协会、湖北德毅肥业有限公司、云南禄丰勤攀磷化工有限公司、云南善施化工有限公司、弥勒市海荣肥业有限责任公司、昆明红海磷肥有限责任公司、贵州省产品质量检验检测院、云南省产品质量监督检验研究院、贵州胜威福全化工有限公司、云南祥丰实业集团有限公司、湖北山泉生物科技有限公司、上海化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：段路路、桂素萍、李接励、朱剑、陈斌、蒋太光、孙天桥、杨海、张江涛、张慧、许雷嬗、蓝雨树、李海艳、李文宽、向德茂、颜坤、和仕堂、邵青松、杨文泉、杜丽梅、苏海涛。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2006年首次发布为GB/T 20413-2006，2017年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

过 磷 酸 钙

1 范围

本文件规定了过磷酸钙的术语和定义、要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业硫酸处理磷矿粉制成的农业用疏松状和粒状过磷酸钙产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 6003.1—2022 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6274 肥料、土壤调理剂和有益物质 术语

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8573—2017 复混肥料中有效磷含量的测定

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 19203—2026 复合肥料中钙、镁、硫含量的测定

GB/T 22923—2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

GB/T 23349 肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定

GB/T 31266 过磷酸钙中三氯乙醛含量的测定

GB/T 32952 肥料中多环芳烃含量的测定 气相色谱-质谱法

GB/T 35104 肥料中邻苯二甲酸酯类增塑剂含量的测定 气相色谱-质谱法

GB 38400 肥料中有害物质的限量要求

GB/T 39229/ISO 17318 肥料和土壤调理剂 砷、镉、铬、铅、汞含量的测定

GB/T 39356 肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、总铈含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

GB/T 46293 肥料中石油烃总量的测定 红外吸收光谱法

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 术语和定义

GB/T 6274界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

过磷酸钙 single superphosphate

以硫酸与磷矿粉反应生成的、以磷酸一钙和硫酸钙为主要成分的产品。

3.2

挥发性有机物 volatile organic compounds (VOCs)
常压下, 沸点 $\leq 250^{\circ}\text{C}$ 的有机化合物。

4 要求

4.1 粉状过磷酸钙

- 4.1.1 外观：粉状，无机械杂质。
- 4.1.2 粉状过磷酸钙应符合表 1 要求，同时应符合标明值。

表1 粉状过磷酸钙的技术指标

项目		优等品	一等品	合格品	
				I	II
有效磷（以 P_2O_5 计）的质量分数/%	$\geq$	18.0	16.0	14.0	12.0
水溶性磷（以 P_2O_5 计）的质量分数/%	$\geq$	11.0	9.0	8.0	6.0
硫（以S计）的质量分数/%	$\geq$	8.0			
游离酸（以 P_2O_5 计）的质量分数/%	$\leq$	5.5			
游离水的质量分数 ^a /%	$\leq$	12.0	14.0	15.0	15.0
^a 游离水的质量分数以生产企业出厂检验数据为准。					

4.2 粒状过磷酸钙

- 4.2.1 外观：颗粒状，无机械杂质。
- 4.2.2 粒状过磷酸钙应符合表 2 要求，同时应符合标明值。

表2 粒状过磷酸钙的技术指标

项目		优等品	一等品	合格品	
				I	II
有效磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≥	18.0	16.0	14.0	12.0
水溶性磷（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≥	11.0	9.0	8.0	6.0
硫（以S计）的质量分数/%	≥	8.0			
游离酸（以P ₂ O ₅ 计）的质量分数/%	≤	5.5			
游离水的质量分数 ^a /%	≤	10.0			
粒度 ^b （1.00mm～4.75mm 或3.35mm～5.60mm）的质量分数/%	≥	80			
^a 游离水的质量分数以生产企业出厂检验数据为准。					
^b 特殊形状（粉状除外）或更大颗粒产品的粒度(粒度范围下限为1.00mm)可由供需双方协议确定。					

4.3 挥发性有机物

不得检出（在本文件规定试验条件下测定值不大于该挥发性有机物的检出限）。

4.4 有毒有害物质的限量要求

按GB 38400中无机肥料的规定执行。

4.5 添加物

产品中加入添加物的，应提供该添加物对环境和农作物生长无害的证明材料。

5 取样

5.1 合并样品的采取

5.1.1 袋装产品

每批产品总袋数不超过512袋时，按表3确定取样袋数；每批产品总袋数大于512袋时，按式(1)计算结果确定最少取样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \cdots \cdots (1)$$

式中：
n——最少取样袋数；
N——每批产品总袋数。

表3 最少取样袋数的确定

总袋数	最少取样袋数	总袋数	最少取样袋数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

包装规格不大于50kg时，按表3或式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的3/4处，每袋取出不少于100g样品，每批采取总样品量不少于2kg。包装规格大于50kg时，按表3或式（1）计算结果，随机抽取一定袋数，用取样器分别从包装袋上开口中心位置垂直向下、向左、向右三个方向插入至袋的3/4处，每袋取出不少于300g样品，每批产品采取的合并样品量不少于2kg。对于 结块产品，采样前应逐袋放平并翻转、拍打数次，使物料松散；对严重结块无法插入采样器的包装单元，应拆包后按GB/T 6679中散装采样方法执行。

5.1.2 散装产品

散装产品及吨包装产品按GB/T 6679规定进行。

5.2 样品缩分

将采取样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至约1 kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的500 mL具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、产品类别、产品等级、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名，一瓶做产品质量分析，另一瓶保存不少于6个月，以备查用。

5.3 样品制备

由5.2中取一瓶样品，经多次缩分后取出约100 g，迅速研磨至全部通过1 mm试验筛，混合均匀，置于洁净、干燥的样品瓶中，供有效磷、水溶性磷、硫含量、游离酸、游离水、挥发性有机物、有毒有害物质测定用。余下样品供外观和粒度（颗粒状适用）测定用。

6 试验方法

警告——下列的部分试剂有毒、具有腐蚀性，试验人员应进行适当防护。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

6.1 一般规定

本文件中所用试剂、溶液和水，在未标明规格和配制方法时，均应符合HG/T 2843的规定。除外观和粒度外，均做两份试料的平行测定。试样称量过程中应注意密封，防止吸湿或组分挥发。

6.2 外观

目视法测定。

6.3 有效磷及水溶性磷含量的测定

6.3.1 方法一 磷钼酸喹啉重量法（仲裁法）

6.3.1.1 原理

用水提取水溶性磷，用乙二胺四乙酸二钠溶液提取样品中的有效磷，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，过滤、洗涤、烘干、称量。

6.3.1.2 试剂和材料

6.3.1.2.1 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，加少量水溶解，用水稀释至1 000 mL，混匀。

6.3.1.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.3.1.2.3 喹钼柠酮试剂。

6.3.1.3 仪器设备

6.3.1.3.1 通常实验室用仪器。

6.3.1.3.2 恒温干燥箱，能控制温度在 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.1.3.3 玻璃砂坩埚，4号，容积30 mL。

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

6.3.1.3.5 超声波清洗仪。

6.3.1.4 试样溶液的制备

6.3.1.4.1 有效磷的提取

称取含有100 mg~180 mg有效五氧化二磷的试样（精确至0.000 2 g），置于250 mL容量瓶中（可用滤纸包裹），加入150 mL EDTA溶液（6.3.1.2.1），塞紧瓶塞，摇动容量瓶使试料分散于溶液中（如用滤纸包裹须摇碎），置于 $(60\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴振荡器中，保温振荡1 h（振荡频率以容量瓶内试样能自由

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,弃去最初部分滤液,所得试液供测定有效磷含量用。

6.3.1.4.2 水溶性磷的提取

- a) 提取方法一(加水研磨):称取含有 100 mg~180 mg 水溶性五氧化二磷的试样(精确至 0.000 2 g),置于 75 mL 容积的瓷蒸发皿或玻璃研钵中,加入 25 mL 水研磨,静置后,将清液倾注过滤于预先加入 5 mL 硝酸溶液(6.3.1.2.2)的 250 mL 容量瓶中,继续用水研磨三次,每次用 25 mL 水,然后将水不溶性磷残渣转移至滤纸上,并用水洗涤至滤液达 200 mL 左右,洗涤时应注意水滤尽后再继续加水。用水稀释至刻度,混匀。所得试液供测定水溶性磷用。
- b) 提取方法二(超声提取):称取含有 100 mg~180 mg 水溶性五氧化二磷的试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 水,摇动使试料分散均匀,塞紧瓶塞,将容量瓶置于超声波清洗仪中提取 10min(超声波清洗仪液面应高于容量瓶液面),用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初部分滤液,所得试液供测定水溶磷用。

注:仲裁时采用a)方法提取水溶性磷。

6.3.1.5 试样溶液的测定

用移液管吸取6.3.1.4.1或6.3.1.4.2中25 mL试液,移入400 mL高型烧杯中,加入10 mL硝酸溶液(6.3.1.2.2),用水稀释至100 mL。在电炉上加热至沸(操作应在通风橱中进行),取下,加入35 mL喹钼柠酮试剂(6.3.1.2.3),盖上表面皿,在电热板上煮沸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±2)℃干燥箱内干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,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,将沉淀移入玻璃砂坩埚中,再用水洗涤,洗涤所用的水共计在125 mL~150 mL,将沉淀连同玻璃砂坩埚置于(180±2)℃干燥箱内,待温度达到180℃后,干燥45 min,取出移入干燥器内,冷却30 min,称量。

6.3.1.6 空白试验

除不加试样外,按样品提取的步骤,得到空白溶液,同试样溶液相同步骤、相同条件进行。

6.3.1.7 分析结果的表述

有效磷含量(ω_1)及水溶性磷含量(ω_2),以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数计,数值以%表示,按式(2)和式(3)计算:

$$\omega_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_{01} \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 32.07}{m_{01}} \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.032\ 07}{m_{02} \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{(m_3 - m_4) \times 32.07}{m_{02}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——测定有效磷所得磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);
- m_2 ——测定有效磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);
- m_{01} ——测定有效磷时,试料质量,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;
- 25 ——吸取试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 250 ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);
- m_3 ——测定水溶性磷所得磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);
- m_4 ——测定水溶性磷时,空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀质量,单位为克(g);

m_{02} ——测定水溶性磷时，试料质量，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作为测定结果。

6.3.1.8 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%。

6.3.2 方法二 自动分析仪法

按6.3.1.4和6.3.1.5制备样品溶液，其余按GB/T 22923—2008中3.3进行。

6.3.3 方法三 电感耦合等离子体发射光谱法

按6.3.1.4和6.3.1.5制备样品溶液，其余按GB/T 8573—2017中4.2.2进行。

6.4 硫含量的测定

6.4.1 试剂和材料

6.4.1.1 盐酸溶液：1+5，将1体积的盐酸加入到5体积的水中。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 通常实验室用仪器。

6.4.2.2 箱式电阻炉：温度能控制在 $800^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.2.3 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.4.3 试样溶液的制备

称取试样5 g~8 g（精确至0.0002g），加入盐酸溶液（1+5）100 mL，加热煮沸10 min，冷却后移入250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，干过滤，弃去最初滤液。

6.4.4 测定

取6.4.3制备好的溶液，按GB/T 19203—2026中8.1重量法和8.2电感耦合等离子体发射光谱法规定的方法进行，以重量法中的灼烧法为仲裁法。

6.5 游离酸含量的测定——容量法

6.5.1 原理

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定游离酸，根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的量，求得游离酸含量。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.5.2.2 溴甲酚绿指示液：2 g/L。

6.5.2.3 邻苯二甲酸盐标准缓冲溶液： $\text{pH}=4.00 (25^{\circ}\text{C})$ 。

6.5.2.4 磷酸盐标准缓冲溶液： $\text{pH}=6.86 (25^{\circ}\text{C})$ 。

6.5.3 仪器设备

6.5.3.1 通常实验室用仪器。

6.5.3.2 酸度计， $\pm 0.01\text{pH}$ 。

6.5.3.3 磁力搅拌器。

6.5.3.4 碱式滴定管，10 mL 或 25 mL。

6.5.3.5 振荡器，往复式振荡器或回旋式振荡器。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 试样溶液的制备

称取5 g试样（精确至0.01 g），移入250 mL容量瓶中，加入100 mL水，振荡15 min后，稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初滤液。

6.5.4.2 酸度计法(仲裁法)

用移液管吸取50 mL滤液（见6.5.4.1）于250 mL烧杯中，用水稀释至150 mL；置烧杯于磁力搅拌器上，将已使用标准缓冲溶液校正的酸度计电极浸入被测溶液中，一边搅拌，一边用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至pH为4.5。

6.5.4.3 指示剂法

用移液管吸取50 mL滤液（见6.5.4.1）于250 mL三角烧瓶中，用水稀释至100 mL~120 mL，加入0.5 mL溴甲酚绿指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液，滴定至溶液呈纯绿色为终点。

6.5.5 分析结果的表述

游离酸含量（ ω_3 ），以五氧化二磷（ P_2O_5 ）的质量分数计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$\omega_3 = \frac{c_1 \times V_1 \times M}{m_{03} \times \frac{50}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c_1 ——测定时使用氢氧化钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——测定时使用氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

M ——五氧化二磷（ $\frac{1}{2}\text{P}_2\text{O}_5$ ）的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol），（ $M=0.0710$ ）；

m_{03} ——试料的质量，单位为克（g）；

50 ——吸取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

250 ——试样溶液总体积，单位为毫升（mL）。

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作为测定结果。

6.5.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

6.6 游离水含量的测定——烘箱干燥法

6.6.1 原理

在一定温度下，试料在电热恒温干燥箱中干燥，失去的质量即为游离水含量。

6.6.2 仪器

6.6.2.1 通常实验室用仪器。

6.6.2.2 电热恒温干燥箱，能控制温度在 $100^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.2.3 称量瓶，直径为 50 mm、高为 30 mm。

6.6.3 分析步骤

称取 10 g 试样（精确至 0.01 g），均匀散布于预先在 $100^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的称量瓶中，置于电热恒温干燥箱内，称量瓶应接近于温度传感器，干燥 3 h 取出，放入干燥器中冷却 30 min 后称量。

6.6.4 分析结果的表述

游离水含量（ ω_4 ），以水的质量分数计，数值以 % 表示，按式（5）计算：

$$\omega_4 = \frac{m_{04} - m_5}{m_{04}} \times 100 \cdots \cdots (5)$$

式中：

m_{04} ——干燥前试料质量，单位为克（g）；

m_5 ——干燥后试料质量，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作为测定结果。

6.6.5 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 0.40 %。

6.7 粒度测定——筛分法

6.7.1 原理

用一定规格试验筛，将实验室样品分成不同粒径的颗粒，称量，计算百分率。

6.7.2 仪器

6.7.2.1 通常实验室用仪器。

6.7.2.2 试验筛（GB/T 6003.1—2022 中 R40/3 系列），孔径为 1.00 mm、4.75 mm（或 3.35 mm、5.60 mm）的筛子，附盖和底盘。

6.7.2.3 天平，感量为 0.5 g。

6.7.2.4 振筛机。

6.7.3 分析步骤

将筛子按 1.00 mm、4.75 mm（或 3.35 mm、5.60 mm）由下到上依次叠好装上底盘，称取 5.3 中经缩分的试样约 200 g（精确至 0.5 g），置于所选定的筛子上，盖上筛盖，置于振筛机上，夹紧筛盖，振荡 5 min；或进行人工筛分。称量 1.00 mm～4.75 mm（或 3.35 mm～5.60 mm）之间的试料（精确至 0.5 g），夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

6.7.4 分析结果的表述

粒度（ ω_5 ），以粒径 1.00 mm～4.75 mm（或 3.35 mm～5.60 mm）的试料占全部试料的质量分数计，数值以 % 表示，按式（6）计算：

$$\omega_5 = \frac{m_6}{m_{05}} \times 100 \cdots \cdots (6)$$

式中：

m_6 ——1.00 mm~4.75 mm（或3.35 mm~5.60 mm）之间的试料质量，单位为克（g）；

m_{05} ——试料质量，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作为测定结果。

6.8 挥发性有机物的分析

6.8.1 原理

在一定的温度条件下，顶空瓶内样品中挥发性组分因挥发而产生蒸汽压，气相中的挥发性有机物进入气相色谱分离后用质谱仪进行检测。通过与质谱图相比较进行定性，外标法定量。

6.8.2 试剂和材料

6.8.2.1 石英砂：20~50 目。使用前需通过检验，确认无目标化合物或目标化合物浓度低于方法检出限。

6.8.3 仪器设备

6.8.3.1 顶空进样器，带顶空瓶、密封垫（聚四氟乙烯/硅氧烷或聚四氟乙烯/丁基橡胶）、瓶盖（螺旋盖或一次使用的压盖）。

6.8.3.2 气相色谱-质谱仪，具有毛细管分流/不分流进样口，可程序升温。具 70 eV 的电子轰击（EI）电离源，具 NIST 质谱图库、手动/自动调谐、数据采集、定量分析及谱库检索等功能。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 仪器工作条件

顶空进样器：加热平衡温度80℃；加热平衡时间30 min；取样针温度100℃；传输线温度110℃，传输线需经过去活化处理。

气相色谱-质谱仪：程序升温：40℃（保持2 min），以8℃/min 的升温速率升至90℃（保持4 min），以6℃/min的升温速率升至200℃（保持5 min），以10℃/min的升温速率升至250℃（保持10 min）。进样口温度：250℃，接口温度：250℃。载气：氦气。流量：1 mL/min。进样方式：分流进样，进样口分流比为5：1。扫描范围：35 amu-300 amu。扫描速度：1 sec/scan。离子化能量：70 eV。离子源温度：230℃。四级杆温度：150℃。扫描方式：全扫描（SCAN）或选择离子（SIM）扫描。

可根据仪器不同型号，选择最佳工作条件。

6.8.4.2 定性分析

称取试样5 g（精确至0.01 g）置于顶空瓶中，将顶空瓶置于顶空进样器上，按照仪器参考条件进行测定。当检测到色谱峰（色谱峰信噪比≥10）时，以质谱图检索比较法进行定性。同时计算色谱峰面积，供定量分析用。

6.8.5 定量分析

对定性分析确认的挥发性有机物，称取5 g（精确至0.01 g）经105℃烘干2 h处理后的样品置于顶空瓶中，加入一系列浓度的该挥发性有机物标准溶液10 μL~20 μL，将顶空瓶置于顶空进样器上，按照仪器参考条件进行测定。以测得的峰面积为纵坐标，对应的挥发性有机物标准溶液浓度（mg/L）为横坐标绘制标准曲线或回归线性方程。

根据定性分析中测得的色谱峰，由标准曲线或线性回归方程得到试样中该挥发性有机物的浓度 ρ_2 (mg/L)；同时以信噪比为10的色谱峰峰面积计算得出挥发性有机物浓度 ρ_3 (mg/L)，作为该挥发性有机物的最低检测浓度 (mg/L)。

挥发性有机物含量 ω_6 及检出限 X ，以质量分数计，数值以 mg/kg 表示，按式(7)和式(8)计算：

$$\omega_6 = \frac{\rho_2 \times V_2 \times 10^{-3}}{m_{06}} \dots\dots\dots (7)$$

$$X = \frac{\rho_3 \times V_2 \times 10^{-3}}{m_{07}} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ρ_2 ——定性分析时，试料中挥发性有机物浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V_2 ——向顶空瓶中加入的挥发性有机物标准溶液体积，单位为微升 (μL)；

ρ_3 ——以信噪比为10的色谱峰峰面积计算得出挥发性有机物浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

m_{06} ——定性分析时，试料质量，单位为克 (g)；

m_{07} ——定量分析时，试料质量，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作为测定结果。

6.8.6 结果表示

6.8.6.1 以质谱图检索比较法进行定性。

6.8.6.2 如试样中挥发性有机物含量 ω_6 大于该挥发性有机物的检出限 X ，则判定样品中含有该挥发性有机物。

6.9 有毒有害物质的测定

6.9.1 总镉、总汞、总砷、总铅、总铬

按GB/T 23349或GB/T 39229/ISO 17318进行，以GB/T 23349为仲裁法。

6.9.2 总镍、总钴、总钒、总锑、总铈

按GB 38400或GB/T 39356进行，以GB 38400为仲裁法。

6.9.3 苯并[a]芘

按GB/T 32952进行。

6.9.4 石油烃总量

按GB/T 46293进行。

6.9.5 邻苯二甲酸酯类总量

按GB/T 35104进行。

6.9.6 三氯乙醛

按GB/T 31266进行。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验包括出厂检验和型式检验。表1中和表2的全部项目为出厂检验项目。型式检验项目包括第4章的全部项目，在下列情况时应进行型式检验：

- 正式生产后，如原料、工艺及设备发生较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 正式生产时，定期或积累到一定量后进行，其中，总镉、总汞、总铅、总铬、总铊每一年至少检验一次，其余项目每两年至少检验一次；
- 长期停产后恢复生产时；
- 政府监管部门提出型式检验要求时。

7.2 组批

产品按批检验，以一天或两天的产量为一批，最大批量为1 500 t。

7.3 结果判定

7.3.1 本文件中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

7.3.2 生产企业按本文件要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本文件要求时，判该批产品合格。

7.3.3 生产企业进行的出厂检验或型式检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自同批二倍量的包装容器中采取样品进行检验，重新检验结果中，即使有一项指标不符合本文件要求，判该批产品不合格。

7.4 净含量检验

出厂检验以产品袋平均净含量的称量值为准；

厂外检验以产品袋平均净含量的折算值为准。

袋平均净含量的折算值 w_7 ，单位为千克（kg），按式（9）计算：

$$\omega_7 = \frac{m_7 \omega_1}{\omega_0} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_7 ——产品袋平均净含量的厂外检验称量值，单位为千克（kg）；

ω_1 ——有效五氧化二磷质量分数的测定值，%；

ω_0 ——有效五氧化二磷质量分数的标明值，%。

8 标识和质量证明书

8.1 在包装容器上标明有效磷含量、水溶性磷含量、硫含量、产品等级，粒状产品应标明粒度范围。

8.2 若在产品包装上标明本文件要求之外的肥料添加物，应在包装容器上标明添加物名称、含量及相应的检测方法标准。

8.3 每袋净含量应标明单一数值，如 50 kg。

8.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、有效磷含量、水溶性磷含量、硫含量、本文件号和法律法规规定应标注的内容。

8.5 其余按 GB 18382 的规定执行。

9 包装、运输和贮存

9.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 1000 kg、50 kg、40 kg、25 kg，每袋净含量允许范围为 (1000 ± 10) kg、 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.2) kg，每批产品平均每袋净含量不应低于 1000 kg、50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。也可使用供需双方合同约定的其他包装规格。

9.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，应与原物料混合均匀，不应以小包装形式放入包装袋中。

9.3 产品应贮存于阴凉干燥处，在运输过程中应防潮、防晒、防破裂。

9.4 产品久置可能发生结块或粉化，宜尽早使用。
