

《含聚合态磷复合肥料》团体标准

编制说明

标准编写组

2022 年 月

目 录

一、工作简况	3
(一) 任务来源	3
(二) 主要工作过程	3
(三) 主要起草单位和起草人	3
(四) 编写组分工	4
二、标准制定原则	4
(一) 标准研究背景	4
(二) 标准编制原则	6
三、标准主要条文或技术内容的依据；修订标准应说明的新旧标准对比情况	7
(一) 标准的适用范围	7
(二) 术语和定义	7
(三) 指标项目	7
(四) 指标参数的确定	8
(五) 修订标准应说明的新旧标准对比情况	9
四、主要试验、验证及试行结果	9
(一) 普通项目的确定和测定	9
(二) 聚合态磷的检测和磷的聚合率	10
(三) 田间效果验证	16
(四) 添加量确定原则	17
五、与相关标准的关系分析	17
六、采用国际标准的程度及水平说明	17
七、重大分歧或重难点的处理经过和依据	18
八、标准推广应用措施及预期效果	18
九、其它应说明的事项	19

一、工作简况

（一）任务来源

聚磷酸根对金属离子有一定的螯合作用，能够缓慢水解成正磷酸盐被作物吸收，延长肥效。含聚合态磷复合肥料结合复合肥的优势，和聚磷酸根的螯合和缓释作用，在部分肥料市场已有相关应用，但在行业内并未有相关标准规范。《含聚合态磷复合肥料》团体标准由成都云图控股股份有限公司提出，中国磷复肥工业协会标委会办公室同意立项，由云图控股牵头编制。本标准为推荐性团体标准。

（二）主要工作过程

1、立项申请：2021年8月23日，由成都云图控股股份有限公司提出立项申请。

2、标准立项：2021年9月9日，中国磷复肥工业协会标委会办公室发出同意立项通知，由成都云图控股股份有限公司牵头《含聚合态磷复合肥料》团体标准的编写。

3、成立编写组：2021年9月，中国磷复肥工业协会标委会办公室与云图控股和参编单位确定了编写工作组。

4、启动会：编写组原定于2021年11月3日—4日在贵州省遵义召开启动会，由于疫情原因，推迟于11月12日以视频形式召开。编写组汇报了项目背景、团体标准的框架内容解读、需要讨论议题，以及下一步工作计划。

5、标准编制：2021年10月—2022年4月，牵头单位进行了初步意见征集，史丹利、川恒、川大、湖北祥云书面返回了意见，代表性产品样品的收集（史丹利、川恒、湖北祥云返回了产品样品）、云图控股制备了多个样品提供给参编单位检测（收到云图控股、川大、史丹利、川恒、芭田和上海化工研究院的测定数据，部分样品在湖北省质检所进行了第三方检测），云图控股对收到的数据进行了对比与分析，并对制备样品进行效果验证，同时撰写征求意见稿和编制说明。

6、讨论会：2022年5月12日，编写组召开讨论会，各会员谈了自己的意见，提出了现有文件的不足，云图控股也解答了相关问题。

（三）主要起草单位和起草人

标准牵头起草单位：成都云图控股股份有限公司

参与起草单位：中国磷复肥工业协会、成都云图控股股份有限公司、四川大学化学工程

学院、史丹利农业集团股份有限公司、贵州川恒化工股份有限公司、贵州芭田生态工程有限公司、湖北祥云（集团）化工股份有限公司、上海化工研究院有限公司、迪斯科化工集团股份有限公司、青岛蔚蓝生物股份有限公司。

标准主要起草人：阎应广、喻小丽、王辛龙、严正娟、徐勤政、马瑞成、尹刚、潘世琴、谭占鳌、赵国军、罗鸣坤、黄忠、陈明良、袁宸、陈国忠、张冬慧、苑伟伟、吕宾。

（四）编写组分工

成都云图控股股份有限公司主要负责牵头标准起草、资料查询、代表性产品样品的收集及样品制备与检测、数据对比与分析、产品制备分析、效果验证、编写编制说明和标准征求意见稿，以及组织和协调等工作。

四川大学化学工程学院、史丹利农业集团股份有限公司、贵州川恒化工股份有限公司、贵州芭田生态工程有限公司、湖北祥云（集团）化工股份有限公司、上海化工研究院有限公司、迪斯科化工集团股份有限公司、青岛蔚蓝生物股份有限公司参与标准起草、资料查询、异议讨论处理和产品化验。

二、标准制定原则

（一）标准研究背景

1、聚磷酸盐概况

磷是形成细胞核蛋白、卵磷脂等不可缺少的元素，磷元素能加速细胞分裂，促进根系和地上部加快生长，促进花芽分化。另外，磷元素能够促进作物中碳水化合物的形成，起到运输的作用，加强代谢。

现代磷肥工业已经走过了将近 100 年，磷肥生产从骨粉、钙镁磷肥、过磷酸钙、三料、磷酸铵盐，基本是从难溶性→水溶性、低浓度→高浓度、低纯度→高纯度的方向发展，而生产装备则越来越先进和复杂。

现代磷肥一直是按照“提供水溶性最好”的思路在发展。没有疑问，水溶性磷是植物最容易吸收的磷。但是，磷的化学性质是活跃的，它可以和土壤中的各种高价阳离子结合形成复合物，从而使其溶解性大幅度降低。另一方面，土壤中的胶体颗粒还可以与磷酸盐基团进行吸附，从而使水溶性磷酸盐从土壤溶液中分离出来，失去水溶性从而失去对植物的速效性。

水溶性磷在土壤中的另外一个特点是它在土壤中几乎是不移动的。也就是：施肥点在哪

里，则其存在范围就在哪里。实验证明，在壤质-粘质土壤上，水溶性磷的移动距离不会超过 2cm，在沙质土壤上，它的移动距离也不超过 5cm。而根系并非遍布土壤各个角落的，这也使得磷不易被吸收。从施肥的角度而言，则需要让磷肥尽量均匀地分布在土壤各个部位，从而有利于植物根系对其吸收。然而磷肥在土壤中的广泛撒布，显然增加土壤对它的固定。常用的磷肥有过磷酸钙，一铵和二铵，他们的形态多为正磷酸盐，磷利用率一般为 15%-25%，大量的磷被土壤固定，同时还固化了土壤中的钙镁等营养，造成作物表现出一系列的缺素症状。而一般的复合肥中的磷，也多为正磷酸根，虽然速效，也容易淋失，同时碱性土壤易被钙镁离子固定，酸性土壤易被铁铝固定，因此造成肥料利用率低。由于上述特性，磷肥的利用率一直不高，约在 10-25%之间。也就是说，施入土壤的磷，至少有 75%不会被植物吸收，而以各种方式被“固定”在土壤中。这些被固定的磷虽然后续可以缓慢地被作物吸收，然而从施肥的角度看，这种状态不是令人满意的。开发一种具有较高的利用率的磷肥一直是人们的期望。

聚磷酸类磷肥就是为了克服磷被土壤固定而出现的品种。聚磷酸盐是正磷酸盐在加热条件下脱水形成的聚合物，当聚合度 <20 时，为水溶性，通常用作肥料。市场上销售的液体聚磷酸铵中，正磷酸盐含量为 30%~40%，焦磷酸盐（二聚） 50%~55%，还有少量三聚磷酸盐和四聚磷酸盐。正磷酸盐可直接被植物吸收利用，而焦磷酸盐、三聚磷酸盐、四聚磷酸盐只有水解为正磷酸盐后才能被植物吸收利用。

聚磷酸盐中磷不以正磷酸态存在，而是以二聚体、三聚体等低聚体方式存在，聚磷酸根对金属离子有一定的螯合作用，不容易被钙镁等离子固定，可提高诸如锌、锰、铁、钙、镁等中微量元素的活性。低聚合态的磷酸根在土壤中能够缓慢分解成正磷酸盐被作物吸收，减少流失，延长肥效。聚合度 <20 的水溶性聚磷酸铵作为一种具有缓释和螯合作用的高浓度肥料，逐渐进入肥料领域。

2、含聚合态磷复合肥料概述

聚磷酸盐是一种含聚合态磷的复合肥料，使用物理掺混聚磷酸铵（或其他聚磷酸盐），或化学方式原位合成也可得到含聚合态磷的复合肥，复合肥中增加聚合形态的磷，根据作物不同生长阶段的养分需求而制备不同的品种，既具有复合肥的优势，又具有聚合态磷的各种特性，不易与土壤中的钙、镁、铁、铝等离子反应而使磷酸根失效，有效解决磷被固定的情况，从而大大增强其肥效，也能提高诸如锌、锰等微量元素的活性。含聚合态磷复合肥料施入土壤后，在酶的作用下产生水解反应，而最终形成正磷酸盐被植物吸收。因此含聚合态磷

复合肥料是一种速效、长效结合的磷肥，使土壤更健康，有效改善土壤质地，根系更健壮。

聚磷酸铵是常用的含聚合态磷复合肥料，国外 20 世纪 60 年代开始作为肥料用，最早是以合成流体聚磷酸铵二元肥料为主导，常用流体聚磷酸铵配比有：10-34-0，11-37-0 等。而国内经过几十年的发展，已有将聚磷酸铵溶液应用在液体肥料中，且取得了较好效果，近几年也逐步出现应用在固体产品中。当前我国肥料级聚磷酸铵已形成多套万吨级产能，对于聚磷酸铵，国家在聚合态磷方面的标准有《GB/T 9983-2004 工业三聚磷酸钠》国家标准一项，《HG/T 2770-2020 工业聚磷酸铵》、《HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵》化工标准 2 项。针对复合肥料的标准多项，但没有含聚合态磷复合肥料方面的国家标准，也无这方面的行业标准和团体标准。

（二）标准编制原则

标准编制遵循“统一性、规范性、适用性、协调性、一致性”的原则，注重标准的适用性和可操作性，标准的编写原则是按照 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》的要求进行编写和表述。以综合标准化思想为指导，以近现代科学研究成果为依据，以规范含聚合态磷复合肥料产品的生产和质量监督，促进产业健康发展，确保标准的统一性、科学性、系统性与实用性。

本标准规范性引用文件：

GB/T 6679 固体化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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 15063-2020 复合肥料

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求

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

HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵

本标准参考文献：

[1] 吉晓玲，马航，胡波等. 离子色谱法测定聚磷酸中聚合态磷的含量 [J]. 应用化工, 2020 (08)

[2] 王伯通，胡兆平，于南树. 快速测定聚磷酸钙镁肥料中的聚合态磷 [J]. 肥料与健康.

2020, (03)

[3] 王伯通, 张西兴, 刘永秀等. 离子交换柱色谱法分离测定复混肥料中聚合态磷 [J]. 磷肥与复肥, 2015, (05)

[4] 王伯通, 孙得芳, 曹莹莹等. 磷钒钼黄比色法快速测定复合肥料中聚合态磷 [J]. 磷肥与复肥, 2019, (04)

[5] 苗志伟, 赵芸, 王学等. 聚磷酸铵生产工艺与聚合度及聚合率的测定 [J]. 化肥设计, 2018, (03)

[6] 亢龙飞, 褚贵新, 聚磷酸铵肥料生产工艺及其关键性状表征 [J]. 磷肥与复肥, 2018, (09)

[7] 房朋, 杨一, 王露. 肥料级聚磷酸铵中正磷测定方法的比较 [J]. 磷肥与复肥, 2021, (08)

[8] 陶绍程, 刘旭, 杨俊等. 利用离子色谱快速测定磷酸二铵的水溶磷以及水溶性聚磷酸铵的聚合率 [J]. 云南化工, 2019, (09)

[9] 王连祥. 聚磷酸铵中磷含量的测定方法研究 [J]. 化肥工业, 2012, (04)

三、标准主要条文或技术内容的依据；修订标准应说明的新旧标准对比情况

（一）标准的适用范围

本标准规定了含聚合态磷复合肥料的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于含聚合态磷的复合肥料产品。

（二）术语和定义

本标准对聚合态磷、磷的聚合率和含聚合态磷复合肥料的定义予以了规定。

聚合态磷：除正磷酸根以外的焦磷酸根、三聚磷酸根等聚磷酸根的量之和，即有效磷含量减去其中正磷酸盐含量的差值（以 P_2O_5 计）。

磷的聚合率：含聚合态磷复合肥料中，聚合态磷与有效磷的比值即为磷的聚合率。

含聚合态磷复合肥料：以物理掺混或化学合成制成的含有聚合态磷的复合肥料。

（三）指标项目

为满足市场需求，参考《GB/T 15063-2020 复合肥料》、《HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵》，综合国内外生产企业的企业标准以及其他相关标准的基础上，根据国内复合肥料的生产工艺特点，设立了9个技术指标项目，分别为总养分（ $N+P_2O_5+K_2O$ ）、水溶性磷占有有效磷百分率（适用时）、磷的聚合率、硝态氮（适用时）、水分、粒度、氯离子、中量元素含量（适用时）、微量元素含量（适用时）。与常规复合肥料相比，含聚合态磷复合肥料规定了磷的聚合率的要求。详见表1。

表1 含聚合态磷复合肥料的技术指标

项 目			指 标			
			高浓度	中浓度	低浓度	
总养分 ^a （N+P ₂ O ₅ +K ₂ O）/%			≥	40.0	30.0	25.0
水溶性磷占有有效磷百分率 ^b /%			≥	60	50	40
磷的聚合率/%			≥	10		
硝态氮 ^c /%			≥	1.5		
水分（H ₂ O）/%			≤	2.0	2.5	5.0
粒度 ^d （1.00-4.75mm或3.35-5.60mm）/%			≥	90		
氯离子 ^e /%	未标“含氯”的产品	≤	3.0			
	标识“含氯（低氯）”的产品	≤	15.0			
	标识“含氯（中氯）”的产品	≤	30.0			
单一中量元素 ^f （以单质计）/%	有效钙	≥	1.0			
	有效镁	≥	1.0			
	总硫	≥	2.0			
单一微量元素 ^g （以单质计）/%			≥	0.02		
^a 组成产品的单一养分含量不应小于4.0%，且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不应大于1.5%。 ^b 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥，并在包装容器上注明为“枸溶性磷”时，“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。若为氮、钾二元肥料，“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。 ^c 包装容器上标明“含硝态氮”时检测本项目。 ^d 粉状产品可不做此项检测和判断。 ^e 氯离子的质量分数大于30%的产品，应在包装容器上标明“含氯（高氯）”；标识“含氯（高氯）”的产品，氯离子的质量分数可不做检验和判定。 ^f 包装容器上标明含钙、镁、硫时检测本项目。 ^g 包装容器上标明含铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测本项目，钼元素的质量分数不高于0.5%。						

（四）指标参数的确定

1、基础指标

总养分（ $N+P_2O_5+K_2O$ ）、水溶性磷占有有效磷百分率（适用时）、硝态氮（适用时）、水分、粒度、氯离子、中量元素含量（适用时）、微量元素含量（适用时）参考了《GB/T 15063-2020 复合肥料》，并应符合《GB/T 15063-2020 复合肥料》的相关要求。

2、磷的聚合率

原考虑用聚合态磷的含量作为指标，后考虑到应用环境不同，聚合态磷如果以一个确定数据来衡量，在肥料中有效磷高或低的情况下，将给肥料的应用带来困难，所以采用磷的聚合率来进行衡量，综合参考返回意见、含聚合态磷复合肥料化验结果、聚合态磷梯度添加的田间试验及成本情况，设定磷的聚合率 $\geq 10\%$ 。

3、有毒有害物质

按国家标准 GB 38400《肥料中有毒有害物质的限量要求》要求执行。

（五）修订标准应说明的新旧标准对比情况

本标准首次发布。

四、主要试验、验证及试行结果

选取聚磷酸铵、含聚合态磷的复肥样品、复配一定量（梯度）的聚合态磷（聚磷酸铵）的复合肥样品（粉肥），寄给各参编单位，按各自认可建立的测定方法或者推荐方法进行测定，有梯度聚合态磷和部分复肥样品除测定外进行农技效果验证。

样品情况为：

聚磷酸铵（单位 1 产品）、聚磷酸铵（单位 4 产品）、含聚合态磷 15-15-15 高塔产品（单位 1）、17-17-17 水溶肥（单位 4）、18-18-18（单位 3 市场产品）、15-15-15（配制含聚合磷 1%、2%、3%、4%的四个产品）。

（一）普通项目的确定和测定

1、一般检测项目

一般检测项目包含总养分（ $N+P_2O_5+K_2O$ ）、有效磷、水溶性磷占有有效磷百分率（适用时）、硝态氮（适用时）、水分、氯离子等，检测方法参考《GB/T 15063-2020 复合肥料》，依据收集到的含聚合态磷复合肥料，结合各单位的分析结果，总结如下：

表 2 一般检测项目分析结果

名称		总氮 /%	硝态氮 /%	有效磷 (以 P ₂ O ₅ 计)/%	氧化 钾/%	总养 分/%	水分 /%	氯离 子/%	水溶性 磷(以 P ₂ O ₅ 计)/%	水溶性磷 占有效磷 百分率/%
15-15-15	单位 1	16.54	6.36	14.59	15.03	46.16	0.72	2.77	12.63	87
	单位 3	16.4	6.7	14.8	15.2	46.4	0.4	/	12.6	85
	单位 4	16.24	5.84	14.8	15.17	46.21	0.22	3.03	13.14	89
17-17-17	单位 1	17.04	/	17.74	17.2	51.98	1.27	1.83	16.39	92
	单位 3	17.0	0.3	18.1	17.0	52.1	1.00	/	17.5	97
	单位 5	17.48	/	17.69	17.29	52.46	1.11	3.16	17.09	97
18-18-18	单位 1	19.2	/	17.2	18.32	54.72	2.67	13.16	15.47	90
	单位 4	18.95	0.3	17.66	18.14	54.75	1.91	14.41	15.84	90
	单位 5	19.38	/	17.65	18.36	55.39	2.36	13.7	15.36	87

结合以上分析结果，对于一般检测项目，分析数据比较稳定。

2、有毒有害物质

该测试由上海化工研究院进行。

表 3 有毒有害物质

元素/样品	标准要求值[GB 38400(mg/kg)]	15-15-15(mg/kg)	17-17-17(mg/kg)	18-18-18(mg/kg)
镉	≤10	未检出	未检出	未检出
汞	≤5	0.97	未检出	未检出
砷	≤50	24.88	6.945	16.37
铅	≤200	1.03	0.16	0.35
铬	≤500	17.65	5.31	8.88

可见，样品测定无异常，有毒有害物质的分析结果在标准值范围之内。

(二) 聚合态磷的检测和磷的聚合率

在农业生产中，含聚合态磷复合肥料，一般使用物理掺混聚磷酸铵（或其他聚磷酸盐）的方法，或化学方式原位合成的含聚合态磷的复合肥，两种方法得到的聚合态磷实质一样，只是过程不同。由于聚合态磷的型态并不固定，所以其测定采取了有效磷与正磷酸根态磷之差的间接方法。

磷的聚合率=（有效磷－正磷酸态磷）/ 有效磷×100%。

1、有效磷的测定

在《GB/T 15063-2020 复合肥料》和《HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵》中，对于有效磷的测定，均采用的是磷钼酸喹啉重量法，但是对于有效磷的提取方式略有不同。《GB/T 15063-2020 复合肥料》中规定有效磷的提取方式为：样品中加入 150ml EDTA 碱液（EDTA 碱液 pH 12.0~12.5），后加热煮沸 15min 提取有效磷；《HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵》中规定有效磷的提取方式为：样品加入 150ml EDTA 液后，用碱液调至 pH 12.0~12.5，煮沸 15min 提取有效磷。

同样使用国标和行业标准对于含聚合态磷复合肥料中有效磷的分析，结果进行对比（以下为单位 5 的分析结果对比），如下：

表 4 国标和行标有效磷分析对比

名称	按 GB/T 15063 方法	按 HG/T 5939 方法
17-17-17 有效磷（以 P_2O_5 计）含量%	17.69	17.68
18-18-18 有效磷（以 P_2O_5 计）含量%	17.65	17.62

可见，国标和行标在提取上的差异不影响结果。

2、正磷酸根的测定

标准中对于有效磷的测定方法成熟可靠，正磷酸根测定本身也非常成熟，但在复合肥料体系里，为了避免聚合态磷的水解导致的干扰，最好将其进行分离，然后测定。

分别使用不同有效磷的提取方法，提取后，均采用离子交换树脂法分离并测定正磷酸根含量，进行结果对比（以下为单位 1 的分析结果对比），如下：

表 5 国标和行标对于有效磷提取后正磷酸根的分析对比

方法	正磷酸根含量（以 P_2O_5 计）/%		
肥料类别	15-15-15	17-17-17	18-18-18
GB/T 15063-2020 提取有效磷	12.75	11.82	16.31
HG/T 5939-2021 提取有效磷	12.90	11.90	16.58

可见，采取国标和行标中两种规定的有效磷的提取方法，正磷酸根分析结果基本一致。

基于调 pH 后煮沸的过程，理论上避免了煮沸时原料带来溶液酸度不同引起结果差异，我们认为行业标准方式更合理，所以标准中采用了行业标准方式，尽可能避免过程中 pH 值变化。

3、磷的聚合率

综合行业标准、企标和参考文献的介绍，磷的聚合率的检测方法为如下三种：离子交换

树脂法、离子色谱法、磷钒钼黄比色法。方法对比如下：

表 6 磷的聚合率分析方法对比

项 目	方法一	方法二	方法三
	离子交换树脂法	离子色谱法	磷钒钼黄比色法
是否需要有效磷值	需要	需要	需要
测出正磷酸根含量 (P_2O_5 计)	需要	需要	需要
正磷态含量需要标准品来计算	需要	需要	需要
是否差减法 (聚合态磷=有效磷-正磷态磷)	是	是	是
正磷态与聚合态磷是否分离	分离	分离	不分离
是否需要低温	不需要	不需要	需要 ($10\pm 2^{\circ}C$)
相关试剂是否需要现配现用	不需要	不需要	需要
费用和操作条件要求	低, 复肥企业均可操作	高, 复肥企业生产一般不具备	低, 复肥企业均可操作
现有企标适用对象	聚磷酸铵和含聚合态磷复合肥料	聚磷酸铵	聚磷酸铵

三种分析方法不同厂家对同一样品的测定结果如下：

(1) 对肥料级聚磷酸铵的测定

表 7 聚磷酸铵 APP-1 指标分析

名称	总氮/%	有效磷 (以 P_2O_5 计) /%	正磷酸盐 (以 P_2O_5 计) /%	磷的聚合率/%	分析方法
单位 1	/	57.86	1.35	97.67	离子交换树脂法
单位 2	/	58.09	2.61	95.51	离子交换树脂法
单位 3	21.2	58.1	2.5	95.70	离子交换树脂法
单位 4	21.07	58.49	1.52	97.40	离子色谱法
单位 5	21.50	57.70	1.44	97.50	磷钒钼黄比色法

表 8 聚磷酸铵 APP-2 指标分析

名称	总氮%	有效磷 (以 P_2O_5 计) /%	正磷酸盐 (以 P_2O_5 计) /%	磷的聚合率/%	分析方法
单位 1	/	44.26	2.42	94.53	离子交换树脂法
单位 2	/	44.38	3.17	92.87	离子交换树脂法
单位 5	/	43.97	2.58	94.13	磷钒钼黄比色法
单位 6	23.8	44.70	2.28	94.90	离子色谱法(第三方检)

由以上数据可以发现,对于检测肥料级聚磷酸铵,三种方法结果接近,但针对含聚合态磷的复合肥料,见下面表述。

(2) 对含聚合态磷的复合肥料

按行标 HG/T 5939-2021 规定,肥料级聚磷酸铵水不溶物含量小于 1%,含聚合态磷的复合肥料在水不溶物上没有规定,两者有较大差异。

由本文件“七”中“1”可知,离子色谱法测定正磷酸根时 EDTA 峰与正磷酸根峰不能完全分开,测定时采用水来提取有效磷,而有效磷测定时用 EDTA 提取,两者提取方式有差异,但对于水溶性好的样品来讲,对结果影响不大;但当样品有枸溶磷存在时,水并不能完全将这部分磷提取出来,导致测定的正磷酸根偏低,计算得到的聚合态磷结果偏高。因此,离子色谱法对未规定水不溶物的含聚合态磷的复合肥测定并不适用;离子交换树脂法测有效磷和聚合态磷时,样品处理完全一致,均采用 EDTA 调碱性来提取;磷钒钼黄比色法在酸性条件下反应,聚合态磷存在分解的现象,同时对分析温度也比较苛刻($10\pm 2^{\circ}C$),正磷酸根分析数据往往偏高,导致计算得到的聚合态磷结果偏低。表 9 参编单位的测定结果很好的说明了这个问题。

故本标准对于聚合态磷的分析,采用的是离子交换树脂法。

① 梯度聚合态磷分析

材料与amp;方法:选取聚磷酸铵 APP-2 样品,配制 15-15-15+梯度聚合态磷含量的粉肥,进行测定,分析结果如下:

表 9 含梯度聚合态磷复合肥料中聚合态磷的分析

名称		有效磷 (以 P_2O_5 计) /%	正磷酸盐 (以 P_2O_5 计) /%	聚合态磷 (以 P_2O_5 计) /%	磷的聚合率 /%	方法参考		
						HG/T5939-2021 离子色谱法	HG/T5939-2021 离子交换树脂法	磷钒钼黄比色法
15-15-1	单位 1	16.28	15.06	1.22	7.49		√	

5(含 1% 聚合态磷)	单位 2	16.23	15.18	1.05	6.47		√	
	单位 4	16.06	15.14	0.92	5.73			√
	单位 5 (第三方检)	16.1	13.50	2.60	16.15	√		
15-15-1 5(含 2% 聚合态磷)	单位 1	16.23	14.05	2.18	13.43		√	
	单位 2	16.38	14.45	1.93	11.78		√	
	单位 4	16.37	14.87	1.50	9.16			√
	单位 5 (第三方检)	16.4	12.95	3.45	21.04	√		
15-15-1 5(含 3% 聚合态磷)	单位 1	16.49	13.58	2.91	17.63		√	
	单位 2	16.40	13.44	2.96	18.05		√	
	单位 4	16.21	13.84	2.37	14.62			√
	单位 5 (第三方检)	16.1	11.69	4.41	27.39	√		
15-15-1 5(含 4% 聚合态磷)	单位 1	16.19	12.21	3.98	24.61		√	
	单位 2	15.73	11.94	3.79	24.10		√	
	单位 3	16.18	12.18	4.00	24.72		√	
	单位 4	16.00	12.44	3.56	22.25			√
	单位 5 (第三方检)	16.4	10.83	5.57	33.96	√		

从以上表格看出,不同单位同样使用离子交换树脂法,聚合态磷结果相近,而离子色谱法的聚合态磷结果较离子交换树脂法偏高,磷钒钼黄比色法的聚合态磷结果较离子交换树脂法偏低。

② 准确度和精密度实验

在本实验室,使用离子交换树脂法,对于含聚合态磷复合肥料中聚合态磷分析的准确度和精密度进行了实验。配制 5 组肥料,分别为高浓度 16-16-16(大概 1%、2%、3%聚合态磷),含枸溶磷低浓度 9-10-9(大概 2%聚合态磷)、含枸溶磷中浓度 12-12-12(大概 2%聚合态磷)。

1) 准确度实验

准确度实验通过加标回收实验来进行,将配制的含聚合态磷肥料样品分别加标分析纯焦磷酸钠和三聚磷酸钠,按《HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵》中的离子交换树脂法检测聚合磷,具体实验数据如下:

表 10 加标回收率实验结果

称样量/g	测定值	加标实	加标理	加标实际值和理
-------	-----	-----	-----	---------

已知样品		标准样品		总量				际值	论值	论值的比较	
		焦磷酸钠	三聚磷酸钠		有效磷 (以 P ₂ O ₅ 计) /%	正磷酸 盐 (以 P ₂ O ₅ 计) /%	聚合态 磷 (以 P ₂ O ₅ 计) %	聚合态 磷%	聚合态 磷%	聚合态 磷差 值%	聚合态 磷回收 率%
16-16-16 (2%聚合态磷)	0.622	0.1778	0.2246	1.0244	29.40	8.94	20.47	19.37	19.59	-0.22	98.88
	0.5682	0.1815	0.167	0.9167	27.16	9.46	17.70	16.71	16.63	0.07	100.44
	0.7673	0.1159	0.1181	1.0013	23.88	11.52	12.36	11.01	11.24	-0.23	97.92
	0.609	0.1718	0.131	0.9118	26.02	10.24	15.78	14.71	14.28	0.43	103.00
16-16-16 (3%聚合态磷)	0.5475	0.2271	0.1843	0.9589	29.98	8.15	21.83	20.08	19.48	0.60	103.08
	0.5589	0.1968	0.2324	0.9881	30.35	8.01	22.34	20.55	20.81	-0.26	98.75
	0.5277	0.1648	0.322	1.0145	33.33	7.75	25.58	23.89	24.31	-0.43	98.25
	0.4965	0.2436	0.2275	0.9676	32.45	7.62	24.83	23.24	22.50	0.73	103.25
9-10-9 (2%聚合态磷)	0.569	0.2462	0.3609	1.1761	36.02	5.07	30.95	29.50	29.83	-0.33	98.90
	0.7032	0.2108	0.1953	1.1093	27.10	6.29	20.81	19.01	19.39	-0.38	98.02
	0.5589	0.2088	0.2585	1.0262	29.50	5.90	23.60	22.17	22.72	-0.55	97.56
	0.5659	0.1742	0.1761	0.9162	25.32	6.50	18.82	17.37	16.82	0.55	103.28
12-12-12 (2%聚合态磷)	0.5209	0.2147	0.2359	0.9715	29.56	6.23	23.33	22.12	21.75	0.38	101.73
	0.5948	0.1776	0.2666	1.039	28.91	6.30	22.62	21.24	21.85	-0.61	97.19
	0.6034	0.2256	0.2501	1.0791	30.05	6.3	23.75	22.36	22.97	-0.62	97.31
	0.5899	0.2016	0.3002	1.0917	31.59	6.2	25.39	24.03	24.68	-0.65	97.37

通过对不同水溶率的肥料进行加标回收实验，聚合态磷加标回收率在 97-103.5%，表明所建立的分析方法是准确可靠的。

2) 精密度实验

精密度实验通过对相同样品平行 6 组来分析进行，包含不同水溶率样品，按《HG/T 5939-2021 肥料级聚磷酸铵》中的离子交换树脂法检测聚合磷，分析结果如下：

表 11 精密度实验结果

样品名称	水溶性磷 占有有效磷 百分率/%	聚合态磷 6 次平行测定值						平均 值	SD
16-16-16 (约 1%聚合态磷)	88	0.67	0.65	0.75	0.52	0.74	0.69	0.67	0.08
16-16-16 (约 2%聚合态磷)	87	1.61	1.85	1.76	1.79	1.82	1.73	1.76	0.08
16-16-16	85	3.10	3.16	3.29	3.15	3.29	3.25	3.21	0.09

(约 3%聚合态磷)									
9-10-9 (约 2%聚合态磷)	46	2.49	2.53	2.45	2.69	2.54	2.66	2.56	0.1
12-12-12 (约 2%聚合态磷)	59	2.36	2.29	2.21	2.37	2.35	2.29	2.31	0.07

从精密度实验结果来看，该方法的标准偏差 $SD \leq 0.1\%$ ，该方法精密度较好，能满足分析测定的要求；对于不同水溶率（包含含枸溶磷样品）的样品，本方法同样适用，并不会因为枸溶磷的存在而影响聚合态磷结果。

（三）田间效果验证

1、试验设计

2022 年 1~3 月间，在成都市新都区新繁镇以小白菜为供试作物，共设 8 个处理，处理 1 至处理 6 分别为含 0%、1%、2%、2.5%、3%、4%的聚合态磷复合肥，处理 7 为我司聚合根动力，对照（CK）为当地常规用肥，各处理均底施 50kg/亩。

试验观测指标包括株高、叶绿素、产量。

2 结果与分析

（1）株高

由表 12 可知，2 月 26 日，处理 4 株高最高，为 5.01cm，但与同样添加聚合态磷不同梯度的其它处理间差异不显著；3 月 9 日，处理 1 的株高最高，为 18.91cm，但与处理 2 之间差异不显著；整个生育期来看，2 月 26 日与 3 月 9 日含聚合态磷处理组株高均高于对照（ck）。3 月 9 日，添加不同聚合态磷复合肥处理株高在聚合态磷添加量 $\leq 2.5\%$ 时呈递减趋势，添加量高于 3%后株高增加。

（2）SPAD 值

从表 12 可以看出，2 月 26 日，添加不同聚合态磷复合肥处理 SPAD 值呈递增趋势，处理 7 的叶片 SPAD 值最高，为 25.98；3 月 9 日，添加不同聚合态磷复合肥处理在聚合态磷添加量 $\leq 2.5\%$ 时，SPAD 值呈递增趋势，添加量高于 3%后 SPAD 值呈减少趋势；3 月 9 日较 2 月 26 日，对照（CK）叶片 SPAD 值增加了 5.10，含聚合态磷处理增加范围在 6.09~7.58 之间，含聚合态磷复合肥相比常规复合肥可以增加小白菜的叶片 SPAD 值，提高植株的光合能力。

（3）产量

由表 12 可以看出，处理 1-处理 7 产量均高于对照（CK），相对增产率在 5.45%~21.82%

之间，这表明在本试验中含聚合态磷复合肥相对常规复合肥提高了小白菜产量；在一定含量范围内，随着聚合态磷含量的增加，产量呈上升趋势，当聚合态磷含量高于 3%时，产量开始下降。

表 12 含聚合态磷复合肥对小白菜农艺性状及产量的影响

处 理	株高（cm）		SPAD 值		产量 (kg/m ²)	相对增 产率
	2 月 26 日	3 月 9 日	2 月 26 日	3 月 9 日		
1	5.00±0.32a	18.91±0.16a	24.50±0.76ab	29.59±0.98c	6.00±0.28ab	9.09%
2	5.00±0.17a	18.72±0.24a	22.70±0.60b	29.52±0.67c	5.80±0.28b	5.45%
3	4.89±0.17ab	17.77±0.25b	23.52±0.69b	30.18±1.20bc	6.15±0.23ab	11.82%
4	5.01±0.08a	17.53±0.20b	24.74±0.59ab	32.04±0.88ab	6.30±0.25a	14.55%
5	4.53±0.15ab	17.39±0.19b	25.10±0.64a	32.68±0.65a	6.70±0.26a	21.82%
6	4.77±0.10ab	17.77±0.41b	25.18±0.78a	31.27±0.58abc	6.69±0.33a	21.82%
7	4.51±0.14b	17.69±0.30b	25.98±0.67a	30.77±0.88bc	5.80±0.28b	5.45%
C K	4.50±0.13b	17.20±0.28b	25.60±1.20a	30.70±0.58bc	5.50±0.31b	--

注：同列不同小写字母表示差异显著（P<0.05）

（4）结果分析

在本试验中，随着生育期推迟，添加一定含量聚合态磷复合肥的处理植株表现随着聚合态磷含量增加株高呈递减趋势，SPAD 值和产量呈增加趋势，添加量 2.5%聚合态磷复合肥在本试验中 SPAD 值及产量情况均表现较好，这可能是由于在本试验条件下该添加量更适合小白菜生长，有助于植株叶绿素提升，从而促进产量提高。

（四）添加量确定原则

上述农技试验认为在该试验地，针对小白菜，使用添加了 2.5%聚合态磷的 15-15-15 复合肥比较好，该肥料磷的聚合率达到 2.5/16.5=15%（16.5%为有效磷含量），综合厂家反馈意见、经济成本，结合各地土壤状况不同、植物对磷吸收差异来看，将磷的聚合率的指标定为≥10%。

五、与相关标准的关系分析

本标准的制定遵循了与其相关的国家标准或行业标准的规定，与现行的法律、法规及其他行业标准没有矛盾。

六、采用国际标准的程度及水平说明

目前尚未发现有国际及国外有含聚合态磷复合肥的标准颁布。此标准填补国内外空白的。本团体标准的建立，在规范行业发展的同时，将会进一步扩大产品应用面，促进含聚合态磷复合肥料的进一步规范推广和使用。

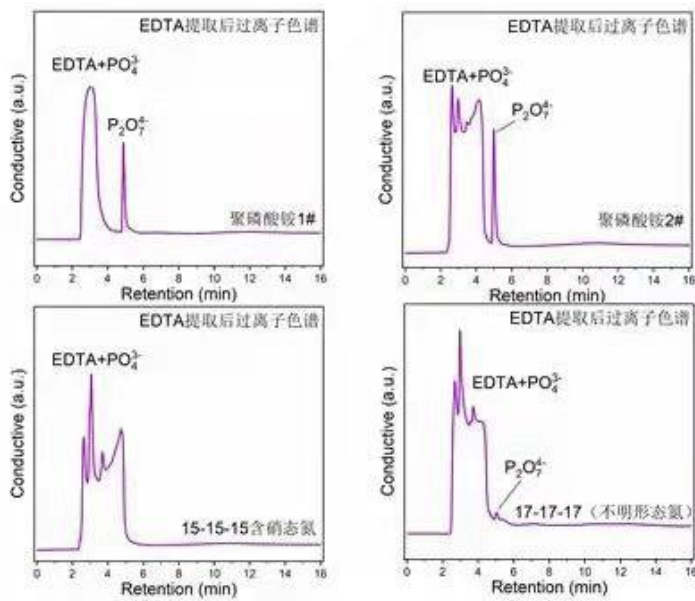
七、重大分歧或重难点的处理经过和依据

无重大分歧意见。

重难点的处理：

1、磷的提取直接用 EDTA 提取液而不是只用水时采用离子色谱法测定：

在川大进行测定，按 HG/T 5939-2021 色谱条件 EDTA 峰和正磷酸根峰无法分离。



2、碱性 EDTA 液提取磷的过程中，聚合态磷分解情况

兄弟单位采用在聚磷酸铵中添加 EDTA 并调成碱性，煮沸 15min 的测定表明，其精密度和加标回收率满足要求，该过程在 HG/T 5939-2021 编制过程中也进行了验证。

八、标准推广应用措施及预期效果

推广措施：推动含聚合态磷复合肥料由团体标准转为行业标准或国家标准，更加规范聚合态磷的生产应用和指标检测，促进增效型磷肥产业健康发展，推进化肥零增长和化肥减施增效。利用磷资源的优势，生产含聚合态磷复合肥料产品，使磷资源得到高效利用。推广含聚合态磷复合肥料，避免产品同质化造成的无序竞争和肥料产能过剩，根据含聚合态磷复合

肥料特性，发挥其缓释、螯合不易固定的特点，使其在各类作物、各类土壤上的广泛应用。

预期效果：现有工作基础上，通过标准的建立，扩大生产点和生产量，在国家科技计划项目基础上，布置田间效果示范，发挥含聚合态磷复合肥料在提高肥料利用率、改良土壤、提高作物产量和品质上的作用，提高产量 10-20%。产品形成增效磷肥大单品，建立完善销售渠道。推动含聚合态磷复合肥料成行业标准，更好地与化肥工业、农药、绿色及有机食品生产等行业的技术人员、应用群体交流合作，在土壤修复、农作物种植、食品安全及环境保护等领域做出新贡献，形成良好的社会、环境、经济效益。

九、其它应说明的事项

无