

山东省检验检测协会团体标准编制说明

(征求意见稿)

一、工作简况

(一) 任务来源

按照《山东省检验检测协会关于下达 2026 年第一批团体标准制修订计划的通知》安排，制定团体标准有机肥料中总氮、总磷的测定 流动注射分析仪法（立项编号：SITA2026005），该标准由山东省检验检测协会归口管理，山东省产品质量检验研究院负责牵头制订。

(二) 起草单位、起草人

标准起草单位：山东省产品质量检验研究院。

标准起草人：张娟、田静、于军、刘倩倩、王东岳、张开亮、康兆广。

(三) 起草过程

1.成立标准起草工作组（2025 年 5 月-2025 年 6 月）

为了推动标准制定，山东省产品质量检验研究院成立了有机肥料中总氮、总磷的测定 流动注射分析仪法标准起草工作组，筹备标准研究工作。工作组在查阅国内外相关政策法规、检测方法和标准以及安全风险评估情况，并收集了相关标准信息后，确定了整体工作方案。

2.标准预研（2025 年 7 月-2025 年 12 月）

标准起草工作组开展了标准调研和草案编制工作,通过查阅文献资料、企业调研、专家咨询等方式，开展标准需求调研，形成标准起草工作组讨论稿和团体标准项目建议书。

3.标准立项（2026年1月-2026年2月）

2026年1月22日，山东省检验检测协会组织专家对该团体标准进行了立项论证，专家听取了项目汇报，审阅了申报材料，一致同意该标准作为山东省检验检测协会团体标准予以立项。

4.征求意见（2026年3月-2026年4月）

标准起草工作组首先开展了详尽的资料调研与收集工作，系统梳理了国家及行业相关的政策法规与现行标准。在此基础上，工作组多次组织内部讨论会，并严格依据立项评审会所提建议，对标准文本草案及编制说明进行了多轮修改完善。通过上述工作，形成征求意见稿，向社会广泛征求意见。

5.形成送审稿（2026年5月）

根据征求意见中的建议，对征求意见稿中各专家或单位提出的修改意见进行汇总，补充实验数据，完善标准文本，形成送审稿，完成标准送审工作。

6.形成报批稿（2026年6月）

召开标准送审稿评审会，按照评审会专家意见，形成报批稿。

二、标准制定背景、目的和意义

随着现代农业向绿色、可持续发展方向转型，有机肥料作为连接农业废弃物资源化利用与绿色农业生产的重要纽带，其科学应用已成为实现“双碳”目标和农业高质量发展的重要途径，在改善土壤结构、提高作物产量和品质、减少

化学肥料污染等方面发挥着不可替代的作用。有机肥料中的氮（N）、磷（P）、钾（K）是作物生长的关键营养元素，其含量直接影响肥料的施用效果。据统计，我国每年有机肥料使用量超过 2 亿吨，但养分含量变异系数高达 30-50%，因此，快速、准确地测定有机肥料的总养分含量，对于肥料质量控制、科学施肥以及农业废弃物资源化利用具有重要意义。目前，有机肥料中氮、磷、钾的测定主要依赖传统化学分析方法，如凯氏定氮法测定氮含量、钼锑抗比色法测定磷含量、火焰光度法测定钾含量等。尽管这些方法准确度较高，但普遍存在操作步骤繁琐、耗时长、试剂用量大、对实验人员技术要求高等问题。随着有机肥料产业规模化发展和市场监管需求提升，传统方法已难以满足日均数百个样品的检测通量要求，制约了有机肥料质量监管和高效利用。因此，开发一种快速、高效、自动化的有机肥料养分检测方法具有重要的现实意义。

流动注射分析（Flow Injection Analysis, FIA）技术通过连续流动的载流推动样品与试剂在线混合反应，结合高精度检测器实现目标物质的快速测定，每小时可处理数十至上百个样品，显著提高了分析效率。自 20 世纪 70 年代发展以来，流动和注射分析技术已凭借其分析速度快、自动化程度高、试剂消耗少、灵敏度高等优势，在环境监测、食品检测、农业分析等领域得到广泛应用，但在有机肥料中养分的联合测定方面的研究较为有限。基于此，本研究拟建立一种基于流动注射分析仪的有机肥料总养分快速测定方法，探索总氮、

总磷的联合检测条件，并对方法的准确性、精密度和适用性进行系统验证。该方法的建立将为有机肥料的质量评价提供高效、可靠的技术支持，同时为有机废弃物的养分资源化利用和精准农业的发展提供科学依据。

三、标准主要技术内容

（一）标准编制原则

1.合规性：严格遵循国家相关法律法规、行业规范、以及强制性标准要求，确保标准内容合法合规，保证标准的实施不会引发法律风险。

2.科学性：以科学理论和实践经验为基础，通过广泛的调研和深入的分析，确保标准中的技术指标、方法和流程具有科学依据。

3.先进性：积极借鉴国内外先进的标准和技术成果，结合行业发展趋势和市场需求，使标准具有一定的前瞻性和先进性。

4.实用性：充分考虑标准的可操作性和实用性，使标准内容易于理解和执行。

5.协调性：标准起草过程中注重与相关标准的协调统一，避免标准之间的冲突和矛盾。

6.规范性：根据山东省检验检测协会团体标准管理办法规定的程序制定，按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20002“标准中特定内容的起草”系列标准、GB/T 20003.1《标准制定的特殊程序 第 1 部分：涉及专利的标准》、GB/T 20004.1《团体标准化 第

1 部分：良好行为指南》相关规定规范起草。

7.开放性：标准的编制过程应保持开放透明，广泛征求各方面的意见和建议。

（二）主要技术内容

本标准主要内容包括有机肥料中总氮、总磷的测定 流动注射分析仪法的方法原理、试剂和材料、仪器设备、分析步骤、结果计算和允差要求。

（三）确定依据

通过全国团体标准信息平台检索，复合肥料产品的氮、磷、钾养分可采用流动注射分析仪进行检测（GB/T 22923-2008《肥料中氮、磷、钾的自动分析以测定法》），有机肥料中的总氮、总磷的测定尚无采用流动注射分析仪的方法。

本标准首次将流动注射分析仪应用于有机肥料总氮、总磷的检测，旨在拓展该类自动化设备在有机肥料检测领域的应用范围，进一步提升检验检测效率与一致性，为我国检验检测行业的高质量发展提供技术支撑。。

（四）标准验证

试样溶液的制备：称取 1 g（精确至 0.1 mg）于消煮管中，加入 10 mL 硫酸和 5 mL 过氧化氢，小心摇匀，放上弯颈漏斗，放入石墨消解炉。缓慢加热至硫酸冒烟，取下，稍冷后加入 5 mL 过氧化氢，轻摇消解管后再放入石墨消解炉，反复消煮，直至溶液呈无色至淡灰色清夜后，取下弯颈漏斗继续加热 10 min，除尽剩余的过氧化氢。取下冷却，小心加

水至 20 mL~30 mL，轻轻摇动消化管，用少量水冲洗弯颈漏斗，洗液收入消化管中。将消煮液移入 250 mL 容量瓶中，冷却至室温后加水定容至刻度，摇匀，干过滤到三角瓶中，备用。样品经硫酸-过氧化氢高温消煮，已经样品中的有机物质完全分解，从而使得氮、磷、钾等元素能够被准确测定，在线检测时，无需进行二次消解。

1.总氮含量的测定

1.1方法原理

样品中的氮经消解后全部转化为氨态氮,采用空气片段连续流动分析技术，将试样溶液和试剂在连续流动的系统中均匀混合，在硝普钠的催化作用下，试样溶液中的铵离子与水杨酸盐和次氯酸钠发生反应生成蓝绿色络合物，在波长 660 nm处测定其吸光度，根据标准曲线计算得出总氮含量。

1.2试剂和材料

铵态氮(NH₄⁺-N)标准溶液: 5 g/L, 称取2.3585 g于105℃干燥2 h的硫酸铵于小烧杯中,用水溶解后移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

缓冲溶液: 称取32 g氢氧化钠于烧杯中,加水溶解,冷却后加入35.8 g磷酸氢二钠和50 g酒石酸钾钠,溶解混合均匀后稀释至1000 mL。

水杨酸钠溶液: 称取4 g水杨酸钠,溶于水中,加入1 g硝普钠{Na₂[Fe(CN)₅NO].2H₂O},溶解后稀释至100 mL,一周内可保持稳定。

次氯酸钠溶液：移取3 mL次氯酸钠与60 mL水中，混合均匀后转移至100 mL容量瓶中，定容。

进样清洗液：4 %硫酸，小心移取40 mL硫酸至600 mL水中，冷却后稀释至1000 mL。

1.3 仪器和设备

流动注射分析仪（AA3, Seal Analytic, 德国，配有铵态氮通道、磷通道）、石墨消解炉、分析天平。

1.4 标准曲线的配制

分别吸取铵态氮(NH₄⁺-N)标准溶液0、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL置于5个100 mL容量瓶中，用4 %的硫酸溶液稀释至刻度，混匀。此标准溶液的浓度分别为0、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L。

1.5 仪器参考条件

设置流动注射分析仪条件：清洗比设定为3（进样时间45 s，清洗时间15 s），进样速率40样次/h，选择波长为660 nm的滤光片。

1.6 测定

将流动注射分析仪的溶液吸管分别置于进样清洗液、缓冲溶液、水杨酸钠溶液、次氯酸钠溶液中，待基线稳定后依次测定标准曲线和试样溶液，将称样质量和稀释倍数录入系统，得出总氮含量。连续流动分析法测定有机肥料总氮含量试剂流程图见图1。

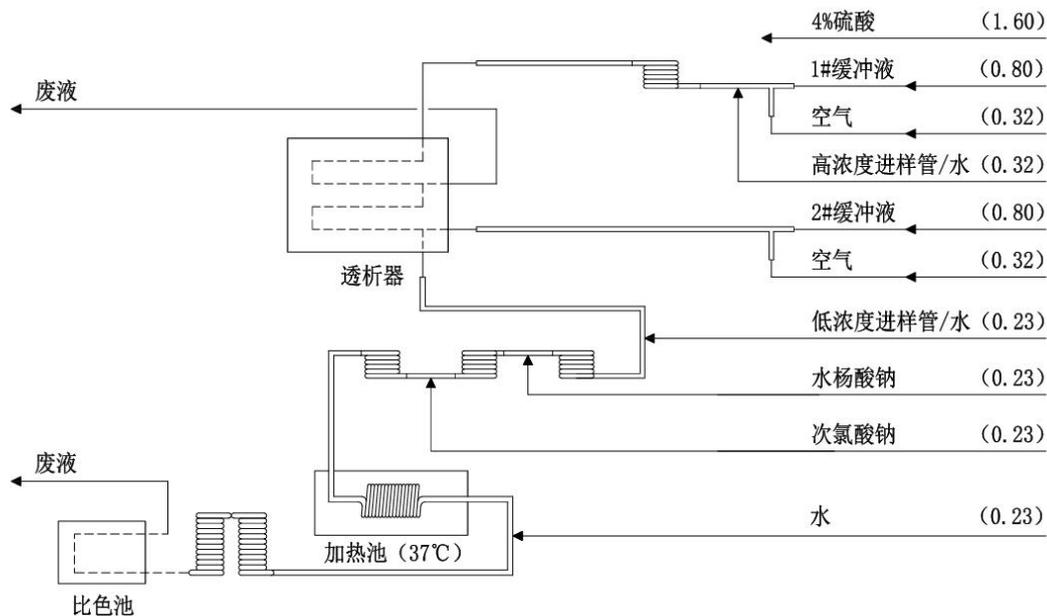


图1 连续流动分析法测定有机肥料总氮含量试剂流图（括号中数据为溶液流速 mL/min）

2.总磷含量的测定

2.1方法原理

采用空气片段连续流动分析技术，将试样溶液和试剂连续流动的系统均匀混合，在加热条件下，正磷酸根与钼酸铵试剂反应生成蓝色络合物，在波长660 nm处测定吸光度，根据标准曲线得出磷含量。

2.2试剂和材料

五氧化二磷标准溶液：5 g/L，称取0.9580 g于105 °C干燥2 h的磷酸二氢钾于小烧杯中，用水溶解后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

钼酸铵试剂：称取6.2 g钼酸铵和0.17 g酒石酸锑钾与500 mL水中，溶解后稀释至1000 mL，混匀，储存于棕色瓶中。

酸盐：称取1.25 g氯化钠溶于100 mL水中，缓慢加入3 mL硫酸，混匀后稀释至250 mL，加入0.2 g十二烷基硫酸钠，溶解后混合均匀。

酸溶液：移取3.5 mL硫酸缓慢加入100 mL水中，冷却后稀释至250 mL，加入0.2 g十二烷基硫酸钠，溶解后混合均匀。

抗坏血酸：称取1.5 g 抗坏血酸溶于60 mL水中，稀释至100 mL，混合均匀。

2.3标准曲线的配制

分别吸取五氧化二磷标准溶液0、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL置于5个100 mL容量瓶中，用4%的硫酸溶液稀释至刻度，混匀。此标准溶液的浓度分别为0、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L。

2.4仪器参考条件

设置流动注射分析仪条件：清洗比设定为3（进样时间45 s，清洗时间15 s），进样速率40样次/h，选择波长为660 nm的滤光片。

2.5测定

将流动注射分析仪的溶液吸管分别置于进样清洗液、酸、酸盐、钼酸铵、抗坏血酸溶液中，待基线稳定后依次测定标准曲线和试样溶液，将称样质量和稀释倍数录入系统，得出磷含量。连续流动分析法测定有机肥料总磷含量试剂流程图见图2。

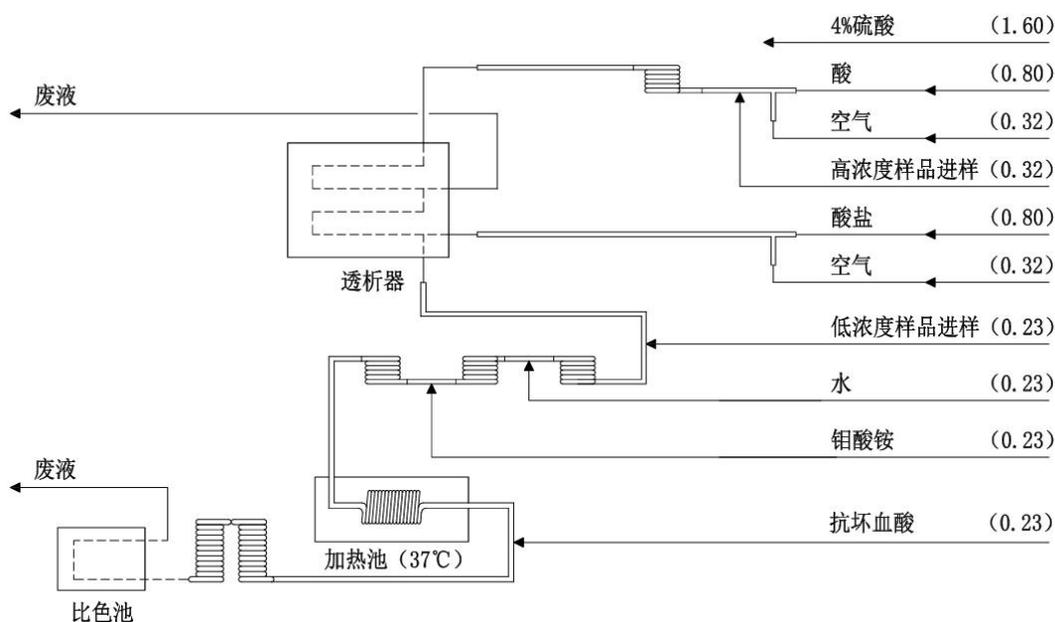


图2 连续流动分析法测定有机肥料总磷含量试剂流程图 (括号中数据为溶液流速 mL/min)

3、空白试验

除不加试样外，其他上述步骤进行。

4、结果计算

有机肥料中的总氮和总磷含量按公式(1)计算，按质量分数计，数值以%表示。其中总氮以总氮(N)的质量分数计，总磷以总磷(P₂O₅)的质量分数计。

$$\omega = \frac{C - C_0 \times V \times 10^{-4}}{m} \dots \dots \dots (1)$$

按照标准曲线、空白溶液、样品的顺序依次进行测定，从测量线性、方法准确性、方法重复性、加标回收等方面对方法进行分析，验证方法的可行性。验证结果如下：

(1) 测量线性

将标准溶液依次注入流动注射分析仪，记录检测信号，绘制标准曲线，建立浓度与信号强度之间的关系。得到铵态氮标准曲线： $y=0.4577x+0.9960$ ，相关系数为0.9989，五氧化

二磷校准曲线： $y=0.4708x+0.9546$ ，相关系数为0.9990，两种养分的标准曲线相关系数均大于0.995，表明流动注射分析仪测定总氮和总磷在浓度范围0~200 mg/L 内均具有良好的线性关系。另外，实验证明，对于试样溶液总氮和总磷含量高于标准曲线最高点浓度时，结果依然有较高的可信度。但是为了数据的严谨和准确，对于总氮、总磷含量较高的产品，仍然需要稀释至标准曲线浓度范围内再进行测定。校准曲线见图3。

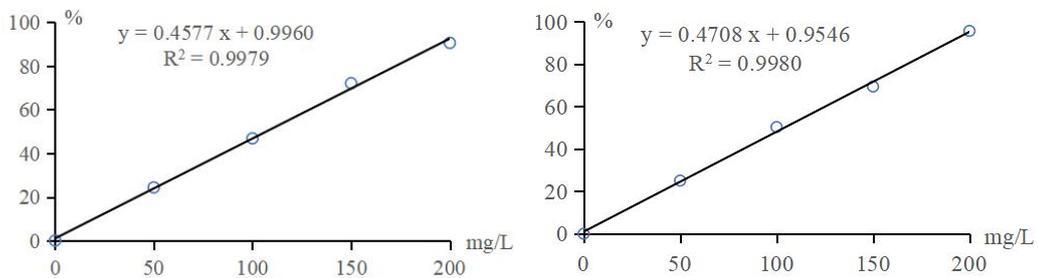


图3 连续流动分析法测定有机肥料总氮（左）和总磷（右）标准曲线

（2）测量线性

数据的准确性是方法可行的前提，按照上述前处理方法对 10 个有机肥料进行消解后，用流动注射分析仪对试样溶液进行总氮含量和总磷含量的测定，同时用凯氏定氮仪法测定总氮含量，用分光光度法测定总磷含量，并用 t 检验法对两种养分的不同方法测定值进行了分析，验证两种方法是否存在显著性差异。将两种方法测定得到的数据进行比较，10 个样品的总氮测定结果相对误差范围为 1.18%-4.80%，总磷测定结果相对误差范围为 0.96%-4.97%，相对误差均小于 5%，在可接受范围内。t 检验法分析，取显著性水平 $\alpha=0.05$ （95% 置信水平），计算 10 个样品两种方法测定数值差值的平均值 $|\bar{x}_d|$ ，查找自由度 $df=9$ 的 $t_{1-\frac{\alpha}{2}}_{211}$ 为 2.2622，计算 $U = t_{1-\frac{\alpha}{2}} \times \frac{S_d}{\sqrt{10}}$ ，

比较 $|\bar{x}_d|$ 和 u , $|\bar{x}_d|$ 均 $<u$, 说明两种方法的测定值没有显著性差异。具体数据见表 1 和表 2。

表 1 流动注射分析法和标准方法测定数据对比

样品号	总氮 (%)		相对误差 (%)	总磷 (%)		相对误差 (%)
	流动注射分析法 (FIA)	凯氏定氮法		流动注射分析法 (FIA)	分光光度法	
1	1.28	1.22	4.80	2.33	2.25	3.49
2	2.23	2.15	3.65	1.56	1.54	1.29
3	0.96	1.00	4.08	2.98	2.84	4.81
4	2.54	2.66	4.62	3.12	3.15	0.96
5	3.75	3.93	4.69	0.91	0.94	3.24
6	1.98	1.90	4.12	3.16	3.06	3.22
7	4.20	4.25	1.18	0.97	0.93	4.21
8	3.23	3.08	4.75	2.14	2.16	0.93
9	2.87	2.99	4.10	2.68	2.55	4.97
10	2.12	2.21	4.16	1.62	1.55	4.42

表 2 t 检验法分析总氮、总磷两种方法数据

项目	方法	$ \bar{x}_d $	S_d	自由度	$t_{0.975}$	u	判断
总氮	FIA-凯氏定氮法	0.0230	0.1090	9	2.2622	0.0780	通过
总磷	FIA-分光光度法	0.0340	0.0749	9	2.2622	0.0536	通过

(3) 方法重复性

数据稳定可重现是方法稳定的体现, 本研究设计了严格的重复性验证实验。称取同一个有机肥料样品 6 份, 按确定的方法进行样品前处理, 采用同样的流动分析条件, 对 6 份样品连续进样。试验结果见表 3。从表中可以看出, 该有机肥料的总氮平均值为 2.06%, 最大相对相差为 8.25%, 总磷平均值为 2.56%, 最大相对相差为 7.03%。这一结果优于传统凯氏定氮法和钼蓝分光光度法的重复性表现。说明用流动注射分析法测定有机肥料的总氮和总磷, 各平行之间数据稳定, 重复性好。基于此, 设定在同一实验室, 由同一操作者

使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

表 3 流动注射分析法重复性试验

平行	总氮 (%)	总磷 (%)
1	2.08	2.46
2	2.15	2.65
3	1.99	2.64
4	2.10	2.48
5	2.06	2.60
6	1.98	2.52
7	2.05	2.55
平均值	2.06	2.56
最大相对相差 (%)	8.25	7.03

(4) 加标回收

为全面评估流动注射分析法 (FIA) 测定有机肥料中总氮和总磷的可靠性，本研究设计了系统的加标回收实验。针对总氮和总磷分别设置了空白加标和样品加标两种模式。其中，空白加标添加浓度为 80 mg/L，样品加标则设置了低 (25 mg/L) 和高 (75 mg/L) 两个浓度梯度，每个加标水平均进行 6 次平行测定。所有检测均在同一分析条件下完成，以消除仪器波动带来的误差。结果显示，总氮在不同加标水平下的回收率范围均为 90.92%~95.14%，总磷在不同加标水平下的回收率范围均为 93.80%~97.12%，符合分析化学中加标回收率 90%~110%的常规要求。实测数据见表 4。

表 4 总氮和总磷的加标回收数据

项目	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	检测值(mg/L)						平均值 (mg/L)	回收率 (%)
			1	2	3	4	5	6		
总氮	0	80	76.25	74.71	75.68	77.85	75.59	76.56	76.11	95.14
	26.61	25	49.82	50.03	48.88	49.26	48.58	49.49	49.34	90.92
	70.80	75	141.82	140.55	142.16	136.82	135.52	142.88	139.96	92.21
总磷	0	80	78.28	77.56	77.9	76.86	77.15	78.46	77.70	97.12
	25.8	25	50.27	47.26	48.86	49.62	50.61	49.07	49.28	93.80

综上所述，本标准建立了基于流动注射分析（FIA）技术的有机肥料总氮和总磷快速测定方法，实现了两个项目的联合测定，显著提高了分析效率，并通过测量线性、准确性、重复性、加标回收这四个方面对方法进行了验证。t 检验结果表明本研究与凯式定氮仪法测定总氮、分光光度法测定总磷的无显著差异，且流动注射分析仪法回收率高、重复性好、检出限低，适用于有机肥料中总氮和总磷的测定。另外，与传统方法相比，该方法具有自动化程度高、试剂消耗少、分析速度快等优势，能够满足大批量样品的快速检测需求，能够大大节约检测时间，提高检测效率，适用于有机肥料的批量分析。

四、预期的经济、社会和生态效益

社会效益：随着有机肥料产业规模化发展和市场监管需求提升，传统方法已难以满足日均数百个样品的检测通量要求，制约了有机肥料质量监管和高效利用。本标准旨在实现有机肥料中总氮和总磷的联合测定，提高了分析效率。

经济效益：流动注射分析技术通过连续流动的载流推动样品与试剂在线混合反应，结合高精度检测器实现目标物质的快速测定，每小时可处理数十至上百个样品，显著提高了分析效率。与传统方法相比，该方法具有自动化程度高、试剂消耗少、分析速度快等优势，能够满足大批量样品的快速检测需求，能够大大节约检测时间，提高检测效率，适用于有机肥料的批量分析。

生态效益：流动注射分析技术分析速度快、自动化程度高、试剂消耗少、灵敏度高等优势，有效的保护实验人员的生命健康并带来极大的环保生态效益。方法的建立将为有机肥料的质量评价提供高效、可靠的技术支持，同时为有机废弃物的养分资源化利用和精准农业的发展提供科学依据。标准的推广和应用将有助于推动农业废弃物资源化利用，减少化学肥料过量施用带来的环境污染，促进土壤健康与农业绿色高质量发展。

五、与现行相关法律、行政法规和其他标准的关系

本标准与我国有关法律、法规、规章及相关标准无冲突。是对国家相关标准的有效补充。

六、采用国际标准的程度及水平的简要说明

本标准未采用国际国外标准。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中，无重大分歧意见。

八、其它应予说明的事项

无。

《有机肥料中总氮、总磷的测定 流动注射分析仪法》起草工作组

2026年2月6日