

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1117—2010

代替 NY/T 1117—2006

水溶肥料 钙、镁、硫、氯含量的测定

Water-soluble fertilizers—

Determination of calcium, magnesium, sulphur and chlorine content

2010-12-23 发布

2011-02-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准遵照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是对 NY/T 1117—2006《水溶肥料钙、镁、硫含量的测定》的修订。

本版与原版的主要差异是：

——增加了氯含量的测定方法。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心（北京）、农业部肥料质量监督检验测试中心（济南）。

本标准主要起草人：刘蜜、孙又宁、范洪黎、保万魁、张跃、韩岩松、卢桂菊。

本标准自实施之日起，同时代替 NY/T 1117—2006。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——NY/T 1117—2006。

水溶肥料 钙、镁、硫、氯含量的测定

1 范围

本标准规定了水溶肥料钙、镁、硫、氯含量测定的试验方法。

本标准适用于液体或固体水溶肥料中钙、镁、硫、氯含量的测定。

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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19203 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

3 钙含量的测定

3.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

3.1.1 原理

试样溶液中的钙在微酸性介质中,以一定量的锶盐作释放剂,在贫燃性空气—乙炔焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从钙空心阴极灯射出特征波长为 422.7 nm 的光,吸光度值与钙基态原子浓度成正比。

3.1.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

3.1.2.1 盐酸。

3.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

3.1.2.3 氯化锶溶液: $\rho(\text{SrCl}_2)=60.9\text{ g/L}$ 。称取 60.9 g $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶于 300 mL 水和 420 mL 盐酸溶液(3.1.2.2)中,用水定容至 1 000 mL,混匀。

3.1.2.4 钙标准储备液: $\rho(\text{Ca})=1\text{ mg/mL}$ 。

3.1.2.5 钙标准溶液: $\rho(\text{Ca})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取钙标准储备液(3.1.2.4)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸溶液(3.1.2.2),用水定容,混匀。

3.1.2.6 溶解乙炔。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 通常实验室仪器。

3.1.3.2 水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

3.1.3.3 原子吸收分光光度计,附有空气—乙炔燃烧器及钙空心阴极灯。

3.1.4 分析步骤

3.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,

置于洁净、干燥的容器中。

3.1.4.2 试样溶液的制备

3.1.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g~3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,加水约 150 mL,置于(25±5)℃振荡器内,在(180±20) r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

3.1.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g~3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

3.1.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取钙标准溶液(3.1.2.5)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,分别加入 4 mL 盐酸溶液(3.1.2.2)和 10 mL 氯化锶溶液(3.1.2.3),用水定容,混匀。此标准系列钙的质量浓度分别为 0 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、8.0 μg/mL、10.0 μg/mL。在选定最佳工作条件下,于波长 422.7 nm 处,使用贫燃性空气—乙炔火焰,以钙含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液钙的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

3.1.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶内,加入 4 mL 盐酸溶液(3.1.2.2)和 10 mL 氯化锶溶液(3.1.2.3),用水定容,混匀。在与测定标准系列溶液相同的仪器条件下,测定其吸光值,在工作曲线上查出相应钙的质量浓度(μg/mL)。

3.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

3.1.5 分析结果的表述

钙(Ca)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液钙的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中钙的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

10^6 ——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

3.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15% 时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。

3.1.7 质量浓度的换算

液体肥料钙(Ca)含量 $\rho(\text{Ca})$ 以质量浓度(g/L)表示,按式(2)计算:

$$\rho(\text{Ca}) = 10w_1\rho \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——试样中钙的质量分数(%);

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

结果保留到小数点后一位。

3.2 等离子体发射光谱法

3.2.1 原理

试样溶液中的钙在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与钙原子浓度成正比。

3.2.2 试剂和材料

3.2.2.1 钙标准溶液: $\rho(\text{Ca}) = 1 \text{ mg/mL}$ 。

3.2.2.2 高纯氩气。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 通常实验室仪器。

3.2.3.2 水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

3.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 试样的制备

按 3.1.4.1 的规定执行。

3.2.4.2 试样溶液的制备

按 3.1.4.2 的规定执行。

3.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取钙标准溶液(3.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列钙的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 317.933 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液钙的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

3.2.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后),在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钙的辐射强度,在工作曲线上查出相应钙的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

3.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

3.2.5 分析结果的表述

按 3.1.5 的规定执行。

3.2.6 允许差

按 3.1.6 的规定执行。

3.2.7 质量浓度的换算

按 3.1.7 的规定执行。

3.3 乙二胺四乙酸二钠容量法

本方法试样制备按 3.1.4.1 的规定执行,试样溶液制备按 3.1.4.2 的规定执行,分析方法按 GB/T 19203 的规定执行。

4 镁含量的测定

4.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

4.1.1 原理

试样溶液中的镁在微酸性介质中,以一定量的锶盐作释放剂,在贫燃性空气—乙炔焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从镁空心阴极灯射出特征波长为 285.2 nm 的光,吸光度值与镁基态原子浓度成正比。

4.1.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.1.2.1 盐酸。

4.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.3 氯化锶溶液: $\rho(\text{SrCl}_2)=60.9\text{ g/L}$ 。称取 60.9 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于 300 mL 水和 420 mL 盐酸溶液(4.1.2.2)中,用水定容至 1 000 mL,混匀。

4.1.2.4 镁标准储备液: $\rho(\text{Mg})=1\text{ mg/mL}$ 。

4.1.2.5 镁标准溶液: $\rho(\text{Mg})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取镁标准储备液(4.1.2.4)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸溶液(4.1.2.2),用水定容,混匀。

4.1.2.6 溶解乙炔。

4.1.3 仪器

4.1.3.1 通常实验室仪器。

4.1.3.2 水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

4.1.3.3 原子吸收分光光度计:附有空气—乙炔燃烧器及镁空心阴极灯。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

4.1.4.2 试样溶液的制备

4.1.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g~3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,加水约 150 mL,置于 $(25\pm 5)^\circ\text{C}$ 振荡器内,在 $(180\pm 20)\text{ r/min}$ 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

4.1.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g~3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

4.1.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取镁标准溶液(4.1.2.5)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,分别加入 4 mL 盐酸溶液(4.1.2.2)和 10 mL 氯化锶溶液(4.1.2.3),用水定容,混匀。此标准系列镁的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、8.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

mL。在选定最佳工作条件下,于波长 285.2 nm 处,使用贫燃性空气—乙炔火焰,以镁含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液镁的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

4.1.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶内,加入 4 mL 盐酸溶液(4.1.2.2)和 10 mL 氯化锶溶液(4.1.2.3),用水定容,混匀。在与测定标准系列溶液相同的仪器条件下,测定其吸光值,在工作曲线上查出相应镁的质量浓度(μg/mL)。

4.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

4.1.5 分析结果的表述

镁(Mg)含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad (3)$$

式中:

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液镁的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中镁的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

10^6 ——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

4.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15% 时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

4.1.7 质量浓度的换算

镁(Mg)含量 $\rho(\text{Mg})$ 以质量浓度(g/L)表示,按式(4)计算:

$$\rho(\text{Mg}) = 10w_2\rho \quad (4)$$

式中:

w_2 ——试样中镁的质量分数(%);

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

结果保留到小数点后一位。

4.2 等离子体发射光谱法

4.2.1 原理

试样溶液中的镁在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与镁原子浓度成正比。

4.2.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.2.2.1 镁标准溶液: $\rho(\text{Mg}) = 1 \text{ mg/mL}$ 。

4.2.2.2 高纯氩气。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 通常实验室仪器。

4.2.3.2 水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

4.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试样的制备

按 4.1.4.1 的规定执行。

4.2.4.2 试样溶液的制备

按 4.1.4.2 的规定执行。

4.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取镁标准溶液(4.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列镁的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 285.213 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液镁的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

4.2.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后),在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得镁的辐射强度,在工作曲线上查出相应镁的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

4.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

4.2.5 分析结果的表述

按 4.1.5 的规定执行。

4.2.6 允许差

按 4.1.6 的规定执行。

4.2.7 质量浓度的换算

按 4.1.7 的规定执行。

4.3 乙二胺四乙酸二钠容量法

本方法试样制备按 4.1.4.1 的规定执行,试样溶液制备按 4.1.4.2 的规定执行,分析方法按 GB/T 19203 的规定执行。

5 硫含量的测定

5.1 重量法(仲裁法)

5.1.1 原理

在酸性溶液中,硫酸根和钡离子生成难溶的 BaSO_4 沉淀,用重量法测定硫的含量。

5.1.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

5.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.1.2.3 氨水溶液:1+1。

5.1.2.4 氯化钡溶液: $c(\text{BaCl}_2)=0.5 \text{ mol/L}$ 。称取 122 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 800 mL 水中,使之溶解,稀释至 1 L,混匀。

5.1.2.5 硝酸银溶液: $\rho(\text{AgNO}_3)=5 \text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 硝酸银溶于 100 mL 水中,加入 2 滴~3 滴硝酸溶液,混匀,贮存于棕色瓶中。

5.1.2.6 乙二胺四乙酸二钠溶液: $\rho(\text{EDTA})=10 \text{ g/L}$ 。称取 10 g 乙二胺四乙酸二钠溶于水中,稀释至 1 L,混匀。

5.1.2.7 甲基红指示液: $\rho(\text{甲基红})=10 \text{ g/L}$ 。称取 1 g 甲基红溶于 100 mL 95%乙醇中。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 通常实验室仪器。

5.1.3.2 水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

5.1.3.3 干燥箱:温度可控制在 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.1.3.4 玻璃坩埚式滤器:4 号,容积 30 mL。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

5.1.4.2 试样溶液的制备

5.1.4.2.1 固体试样

称取 2 g~5 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,加水约 150 mL,置于 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 振荡器内,在 $(180 \pm 20) \text{ r/min}$ 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

5.1.4.2.2 液体试样

称取 2 g~5 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

5.1.4.3 测定

吸取一定体积的试样溶液(含硫 40 mg~240 mg)于 400 mL 的烧杯中,加入 2 滴~3 滴甲基红指示液(5.1.2.7),用氨水溶液(5.1.2.3)调至试样溶液有沉淀生成或试样溶液呈橙黄色;加入 4 mL 盐酸溶液(5.1.2.1)和 5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(5.1.2.6),用水稀释至 200 mL;盖上表面皿,放在电热板上加热近沸,取下;在搅拌下逐滴加入 20 mL 氯化钡溶液(5.1.2.4),继续加热使其慢慢沸腾 3 min~5 min 后,盖上表面皿,在电热板上或水浴(约 60°C)中保温 1 h,使沉淀陈化,冷却至室温。

用已在 $180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的过滤器过滤沉淀,以倾泻法过滤。然后,用温水洗涤沉淀至滤液中无 Cl^- [用硝酸银溶液(5.1.2.5)检验滤液,至不出现浑浊],再用温水洗涤沉淀 4 次~5 次。将沉淀连同过滤器置于 $180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥箱内,待温度达到 180°C 后,干燥 1 h,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

5.1.4.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

5.1.5 分析结果的表述

硫(以 S 计)含量 w_s ,以质量分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_s = \frac{(m_2 - m_1) \times 250 \times 0.1374}{mV} \times 100 = \frac{(m_2 - m_1) \times 3435}{mV} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_2 ——测定时沉淀的质量,单位为克(g);

m_1 ——空白试验中沉淀的质量,单位为克(g);

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.137 4——硫(S)的摩尔质量与硫酸钡(BaSO_4)的摩尔质量的比值;

m ——试料的质量,单位为克(g);

V ——吸取的试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,结果保留到小数点后两位。

5.1.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验测定结果的绝对差值不大于 0.40%。

5.1.7 质量浓度的换算

液体肥料硫(S)含量 $\rho(\text{S})$ 以质量浓度(g/L)表示,按式(6)计算:

$$\rho(\text{S}) = 10w_3\rho \quad (6)$$

式中:

w_3 ——试样中硫的质量分数(%);

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

结果保留到小数点后一位。

5.2 等离子体发射光谱法

5.2.1 原理

试样溶液中的硫在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与硫原子浓度成正比。

5.2.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

5.2.2.1 硫标准溶液: $\rho(\text{S}) = 1 \text{ mg/mL}$ 。

5.2.2.2 高纯氩气。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

5.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试样的制备

按 5.1.4.1 的规定执行。

5.2.4.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g~3 g 试样(精确至 0.000 1 g),其余按 5.1.4.2 的规定执行。

5.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取硫标准溶液(5.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列硫的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测

量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 181.972 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液硫的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

5.2.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后),在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得硫的辐射强度,在工作曲线上查出相应硫的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

5.2.5 分析结果的表述

硫(S)含量 w_s 以质量分数(%)表示,按式(7)计算:

$$w_s = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \text{..... (7)}$$

式中:

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液硫的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中硫的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

10^6 ——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

5.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15% 时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

5.2.7 质量浓度的换算

按 5.1.7 的规定执行。

6 氯离子含量的测定 自动电位滴定法

6.1 原理

以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定氯离子,借助自动电位滴定仪的电位突变确定反应终点,由消耗的硝酸银标准滴定溶液体积计算氯离子含量。

6.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

6.2.1 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。称取 1.7 g 硝酸银溶于水中,定容至 1 000 mL,贮存于棕色瓶中。

6.2.2 氯离子标准溶液: $\rho(\text{Cl}^-) = 1 \text{ mg/mL}$ 。准确称取 1.648 7 g 经 $270^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 烘干 4 h 的基准氯化钠于 100 mL 烧杯中,用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀,贮存于塑料瓶中。

6.3 仪器

6.3.1 通常实验室仪器。

6.3.2 自动电位滴定仪,配有银电极。

6.4 分析步骤

6.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

6.4.2 空白试验

按仪器说明书进行空白值测定。

6.4.3 硝酸银溶液的标定

准确吸取 3.0 mL 氯离子标准溶液(6.2.2)于滴定杯中,加水至液面没过电极后标定。两次标定值的相对相差应不大于 0.5%。

6.4.4 测定

称取试样 0.1 g~3 g(精确至 0.000 1 g)于自动电位滴定仪的滴定杯中,加水至液面没过电极,用已标定的硝酸银溶液(6.2.1)进行滴定。若氯离子含量过高,可稀释一定倍数后测定。

6.5 分析结果的表述

氯离子(Cl^-)含量 w_4 以其质量分数(%)表示,按式(8)计算:

$$w_4 = \frac{(V_1 - V_2)cD \times 0.03545}{m} \times 100 \quad \text{..... (8)}$$

式中:

V_1 ——测定试样时,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定空白时,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

0.03545——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯离子的质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

6.6 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表 1 要求。

表 1

氯离子(Cl^-)质量分数, %	$w_4 < 5.00$	$5.00 \leq w_4 \leq 25.00$	$w_4 > 25.00$
绝对差值, %	≤ 0.20	≤ 0.30	≤ 0.40

不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 2 要求。

表 2

氯离子(Cl^-)质量分数, %	$w_4 < 5.00$	$5.00 \leq w_4 \leq 25.00$	$w_4 > 25.00$
绝对差值, %	≤ 0.30	≤ 0.40	≤ 0.60

6.7 质量浓度的换算

液体肥料氯离子含量 $\rho(\text{Cl}^-)$ 以质量浓度(g/L)表示,按式(9)计算:

$$\rho(\text{Cl}^-) = 10w_4\rho \quad \text{..... (9)}$$

式中:

w_4 ——试样中氯离子的质量分数(%);

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

结果保留到小数点后一位。
