

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1972—2010

水溶肥料 钠、硒、硅含量的测定

**Water-soluble fertilizers—
Determination of sodium, Selenium, silicon content**

2010-12-23 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

水溶肥料 钠、硒、硅含量的测定

1 范围

本标准规定了水溶肥料中钠、硒、硅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钠、硒、硅含量的测定。

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

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 钠含量的测定

3.1 火焰光度法

3.1.1 原理

试样溶液中的钠原子被火焰的热能所激发,当被激发的电子从较高能级跃迁到较低的能级时,放出一定的能量而产生固定波长的谱线,通过光电系统对辐射光能的测量,可求得钠的含量。

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 钠标准储备溶液: $\rho(\text{Na})=1\text{ mg/mL}$ 。

3.1.2.2 钠标准溶液: $\rho(\text{Na})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取钠标准溶液(3.1.2.1)10 mL于100 mL容量瓶中,用水定容,混匀。

3.1.2.3 液化石油气。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 通常实验室仪器。

3.1.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

3.1.3.3 火焰光度计。

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)°C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

分别准确吸取钠标准溶液(3.1.2.2)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL 于八个 100 mL 容量瓶中,加水定容,混匀。此标准系列钠的质量浓度分别为 0 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL、6.00 μg/mL、7.00 μg/mL。在选定工作条件的火焰光度计上,根据待测液中钠浓度,选定标准系列中的六个点,以 0 μg/mL 标准溶液调节仪器的零点,由低浓度到高浓度分别测定各标准溶液的发射强度值。以各标准溶液钠的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.1.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钠的发射强度,在工作曲线上查出相应钠的质量浓度(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

钠(Na)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

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

式中:

- ρ ——由工作曲线查出的试样溶液钠的质量浓度,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钠的质量浓度,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。

3.2 等离子体发射光谱法(仲裁法)

3.2.1 原理

试样溶液中的钠在 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,辐射强度与钠原子浓度成正比。ICP-AES 法测定电离能较低的钠元素时易产生电离干扰,需要加入电离抑制剂氯化铯来消除电离干扰。

3.2.2 试剂和材料

- 3.2.2.1 钠标准溶液: $\rho(\text{Na})=1 \text{ mg/mL}$ 。
- 3.2.2.2 氯化铯溶液: $\rho(\text{CsCl})=4 \text{ g/L}$ 。称取 4 g 氯化铯溶于水中,用水稀释至 1 L,混匀。
- 3.2.2.3 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

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。

3.2.4.2 试样溶液的制备

3.2.4.2.1 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)°C 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。

3.2.4.2.2 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。

3.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取钠标准溶液(3.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,分别加入 5.0 mL 氯化铯溶液(3.2.2.2),用水定容,混匀。此标准系列钠的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、50.0 μg/mL,氯化铯浓度为 200 mg/L。

测定前,进行仪器条件优化,发射功率为 0.8 kW,其他参数根据仪器型号设定。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 589.592 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液的钠的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.2.4.4 测定

根据钠含量吸取一定量的试样溶液,加入氯化铯溶液(3.2.2.2)5.0 mL,定容至 100 mL,混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钠的辐射强度,在工作曲线上查出相应钠的质量浓度(μg/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

钠(Na)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液钠的质量浓度,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钠的质量浓度,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。

3.2.6 允许差

平行结果测定的相对相差不大于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。

3.3 原子吸收分光光度法

3.3.1 原理

利用原子吸收分光光度计的火焰发射法测定钠的含量,不使用钠空心阴极灯,试样溶液中的钠在空气—乙炔火焰的作用下转变成气态原子并使原子外层电子进一步被激发,当被激发的电子从较高能级跃迁到较低的能级时,原子会释放多余的能量从而产生特征发射谱线,在一定范围内发射谱线强度与钠原子浓度成正比,通过测量330.2 nm的发射谱线强度,测定试样中钠元素的含量。

3.3.2 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。

3.3.2.1 钠标准溶液: $\rho(\text{Na})=1\text{ mg/mL}$ 。

3.3.2.2 溶解乙炔。

3.3.3 仪器

3.3.3.1 通常实验室仪器。

3.3.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

3.3.3.3 原子吸收分光光度计,附有空气—乙炔燃烧器。

3.3.4 分析步骤

3.3.4.1 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。

3.3.4.2 试样溶液的制备

3.3.4.2.1 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。

3.3.4.2.2 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。

3.3.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取钠标准溶液(3.3.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于六个100 mL容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列钠的质量浓度分别为0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。在选定最佳工作条件下,于波长330.2 nm处,使用空气—乙炔火焰,以钠质量浓度为100.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液调整测量满度,以钠质量浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液调零,测定钠质量浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的各标准溶液的发射强度。

以各标准溶液钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.3.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定试样溶液的发射强度,

在工作曲线上查出相应钠的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

3.3.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

3.3.5 分析结果的表述

钠(Na)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

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

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。

3.3.6 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。

3.4 质量浓度的换算

液体肥料钠(Na)含量 $\rho(\text{Na})$ 以质量浓度(g/L)表示,按式(4)计算:

$$\rho(\text{Na}) = 10w_1\rho \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_1 ——试样中钠的质量分数,单位为百分率(%);

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 硒含量的测定 原子荧光光谱法

4.1 原理

在盐酸介质中,以硼氢化钾为还原剂,使试样溶液中四价硒生成硒化氢,于氩氢火焰中原子化。硒原子蒸气吸收硒特种空心阴极灯发出的特征波长为 196.0 nm 的辐射,被激发至高能态。激发态原子返回基态时发射出特征波长的原子荧光。在一定浓度范围内,荧光强度与试样溶液中硒的含量成正比。

4.2 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,应符合 HG/T 2843 的规定。

4.2.1 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=5\text{ g/L}$ 。

4.2.2 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=20\text{ g/L}$ 。称取硼氢化钾 10.0 g,溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(4.2.1)中,混匀。

4.2.3 铁氰化钾溶液: $\rho\{\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]\}=20\text{ g/L}$ 。

4.2.4 盐酸溶液: $\rho(\text{HCl})=3\%$ 。

4.2.5 盐酸溶液: $\rho(\text{HCl})=50\%$ 。

4.2.6 硒标准溶液: $\rho(\text{Se})=1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.2.7 硒标准溶液： $\rho(\text{Se})=10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确吸取硒标准溶液(4.2.6)10.00 mL，用盐酸溶液(4.2.4)定容至1 000 mL，混匀。

4.2.8 硒标准溶液： $\rho(\text{Se})=1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确吸取硒标准溶液(4.2.7)10.00 mL，用水定容至100 mL，混匀。

4.3 仪器

4.3.1 通常实验室仪器。

4.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

4.3.3 原子荧光光度计，附有硒编码空心阴极灯。

4.3.4 高纯氩气。

4.4 分析步骤

4.4.1 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。

4.4.2 试样溶液的制备

称取试样0.2 g~3 g(精确至0.000 1 g)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。

4.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取硒标准溶液(4.2.8)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL于六个50 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸溶液(4.2.5)和1 mL铁氰化钾溶液(4.2.3)，用水定容，混匀。此标准系列硒的质量浓度分别为0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、30.0 ng/mL、40.0 ng/mL、50.0 ng/mL。在25℃以上环境温度下，至少放置40 min后，按最佳工作条件，以盐酸溶液(4.2.4)和硼氢化钾溶液(4.2.2)为载流，以硒含量为0 ng/mL的标准溶液为参比，测定各标准溶液的荧光强度。仪器参考条件：负高压300 V；灯电流60 mA；炉高8 mm。

以各标准溶液硒的质量浓度(ng/mL)为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.4.4 测定

先将试样溶液用水稀释100倍后，再吸取一定体积的上述稀释液于50 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸溶液(4.2.5)和1 mL铁氰化钾溶液(4.2.3)，用水定容，混匀。在25℃以上环境温度下，至少放置40 min后，在与测定标准系列溶液相同的条件下，测定其荧光强度，在工作曲线上查出相应硒的质量浓度(ng/mL)。

4.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

4.4.6 分析结果的表述

硒(Se)含量 w_2 以质量分数(%)表示，按式(5)计算：

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^9} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液中硒的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

ρ_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中硒的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/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)。

10^9 ——将克换算成纳克的系数。

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。

4.4.7 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0.05%时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

4.5 质量浓度的换算

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

$$\rho(\text{Se}) = 10w_2\rho \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w_2 ——试样中硒的质量分数(%);

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 硅含量的测定 等离子体发射光谱法

5.1 原理

试样溶液中的硅在 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,辐射强度与硅原子浓度成正比。

5.2 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。

5.2.1 硅标准溶液: $\rho(\text{Si})=1 \text{ mg/mL}$ 。

5.2.2 高纯氩气。

5.3 仪器

5.3.1 通常实验室仪器。

5.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

5.3.3 等离子体发射光谱仪。

5.4 分析步骤

5.4.1 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。

5.4.2 试样溶液的制备

5.4.2.1 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)°C 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。

5.4.2.2 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。

5.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取硅标准溶液(5.2.1)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,用水定容,混匀。此标准系列硅的质量浓度分别为 0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/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 251.611 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液硅的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得硅的辐射强度,在工作曲线上查出相应硅的质量浓度(μg/mL)。

5.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

5.5 分析结果的表述

硅(Si)含量 w_3 以质量分数(%)表示,按式(7)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- ρ ——由工作曲线查出的试样溶液硅的质量浓度,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硅的质量浓度,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。

5.6 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。

5.7 质量浓度的换算

液体肥料硅(Si)含量 ρ (Si)以质量浓度(g/L)表示,按式(8)计算:

$$\rho(\text{Si}) = 10w_3\rho \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- w_3 ——试样中硅的质量分数,单位为百分率(%);
- 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。