

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2273—2012

土壤调理剂 磷、钾含量的测定

Soil amendment—Determination of phosphorus and potassium content

2012-12-24 发布

2013-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

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)。

本标准主要起草人：范洪黎、刘蜜、韩岩松、肖瑞芹、孙菊锋。

www.hmdzkj.com

土壤调理剂 磷、钾含量的测定

1 范围

本标准规定了土壤调理剂磷、钾含量测定的试验方法。

本标准适用于土壤调理剂磷、钾含量的测定。

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。

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 磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

3.1 原理

试样溶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,用磷钼酸喹啉重量法测定磷的含量。

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,均应按 HG/T 2843 的规定执行。

3.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

3.2.2 硝酸溶液:1+1。

3.2.3 喹钼柠酮试剂:溶液 A:溶解 70 g 钼酸钠于 100 mL 水中;溶液 B:溶解 60 g 柠檬酸于 100 mL 水中,加 85 mL 硝酸;溶液 C:在不断搅拌下,将溶液 A 缓慢加入到溶液 B 中,混匀;溶液 D:取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸和 100 mL 水的混合液中。在不断搅拌下,将溶液 D 缓慢加入溶液 C 中,混匀后放置暗处过夜后,用滤纸过滤,滤液加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 L,摇匀,贮于聚乙烯瓶中,放置暗处,避光避热。

3.3 仪器

3.3.1 通常实验室仪器。

3.3.2 带有温度控制的水平往复振荡器或具有相同功效的振荡装置。

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

3.3.4 玻璃坩埚式滤器:滤板孔径 $4 \mu\text{m} \sim 7 \mu\text{m}$,容积 30 mL。

3.4 分析步骤

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。

3.4.2 试样溶液的制备

称取含有五氧化二磷(P_2O_5)250 mg~500 mg 的试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 $28^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 的盐酸溶液(3.2.1),塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分

散于溶液中,保持溶液温度在 28℃~30℃之间,用频率设定为(180±20)r/min 的振荡器(3.3.2)振荡 30 min,然后取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

3.4.3 测定

吸取 10.00 mL 试样溶液,置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(3.2.2),加水至 100 mL 左右。盖上表面皿,在电炉上加热至微沸,取下烧杯,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂(3.2.3),盖上表面皿,在电炉上微沸 1 min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,用少量水冲洗表面皿,冷却至室温。

用预先在(180±2)℃干燥箱内干燥 45 min 的吸量瓶或滤器抽滤,先将上层清液滤完,然后用倾泻法洗涤沉淀 1 次~2 次(每次用水约 10 mL),将沉淀全部转移至滤器中,滤干后再用水洗涤沉淀多次(所用水共 125 mL~150 mL)。将沉淀连同滤器置于干燥箱(3.3.3)内,将温度达到 180℃后,干燥 45 min,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。

3.4.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤同 3.4.3。

3.5 分析结果的表述

磷(以 P₂O₅ 计)含量以质量分数(w₁)表示,按式(1)计算。

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

- m₁ —— 喹钼酸喹钼沉淀的质量,单位为克(g);
- m₂ —— 空白试验所用喹钼酸喹钼沉淀的质量,单位为克(g);
- m —— 试料的质量,单位为克(g);
- 250 —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 10 —— 分取的试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.032 07 —— 喹钼酸喹钼质量换算为五氧化二磷质量的系数。

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。

3.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。
不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.60%。

3.7 质量浓度的换算

液体试样磷(以 P₂O₅ 计)含量以质量浓度 ρ₁(g/L)表示,按式(2)计算。

$$\rho_1 = \frac{w_1}{1000} \times 1000 \quad (2)$$

式中:

- w₁ —— 试样中磷的质量分数;
- ρ —— 液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL);
- 1 000 —— 将 g/mL 换算为 g/L 的系数。

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 钾含量的测定

4.1 火焰光度法(仲裁法)

4.1.1 原理

试样溶液在火焰的激发下,辐射出钾元素的特征光谱,其强度与溶液中钾的浓度成正比。在与标准

工作曲线相同条件下,通过测定试样溶液中钾元素的发射强度,可求得钾浓度。

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,均应按 HG/T 2843 的规定执行。

4.1.2.1 钾标准储备溶液: $\rho(\text{K})=1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$;

4.1.2.2 钾标准溶液: $\rho(\text{K})=100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确吸取钾标准储备溶液(4.1.2.1)10.00 mL于100 mL容量瓶中,用水定容,混匀;

4.1.2.3 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5\ \text{mol}/\text{L}$;

4.1.2.4 液化石油气;

4.1.2.5 压缩空气。

4.1.3 仪器

4.1.3.1 通常实验室仪器;

4.1.3.2 带有温度控制的水平往复式振荡器,具有定时功能的振荡装置;

4.1.3.3 火焰光度计。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试样的制备

固体试样经多次缩分后,取约10 g试样迅速粉碎,筛过2.0 mm孔筛(如样品潮湿,可通过1.00 mm筛子),混合均匀,置于容量瓶中,将试样经多次称量后,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

称取0.2~3 g试样(精确至0.0001 g),置于250 mL容量瓶中,加入150 mL预先加热至28℃~30℃的盐酸溶液(4.1.2.3)溶解试样,摇动容量瓶使试样分散于溶液中,保持溶液温度在28℃~30℃之间,用频率设定为(180±20)次/min的振荡器(4.1.3.2)振荡30 min,然后取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

4.1.4.3 工作曲线的绘制

分别准确吸取钾标准溶液1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL于六个100 mL容量瓶中,加水定容,混合均匀,此标准系列溶液钾的质量浓度分别为1.00 μg/mL、2.50 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL、15.00 μg/mL、20.00 μg/mL。在满足工作条件的火焰光度计上,分别调节仪器的零点和满度,然后由低浓度到高浓度分别测定各标准溶液的发射强度值。以标准系列溶液钾的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度测定标准系列溶液的质量浓度。

4.1.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与标准系列溶液相同的条件下,测得钾的发射强度,在工作曲线上查出相应钾的质量浓度(μg/mL)。

4.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同4.1.4.4。

4.1.5 分析结果的表述

钾(以 K_2O 计)含量以质量分数 $w_2(\%)$ 表示,按式(3)计算。

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 1.20 \times 100\% \quad \text{..... (3)}$$

式中:

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

- ρ_c ——由工作曲线查出的空白溶液中钾的质量浓度,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);
- 1.20 ——钾换算为氧化钾的系数;
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- 10^6 ——将 g 换算成 μg 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 5%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 15%。

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做要求。

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。

4.1.7 质量浓度的换算

液体试样钾(K_2O)含量以质量浓度 ρ_2 (g/L)表示,按式(4)计算。

$$\rho_2 = 1000 w_2 \rho \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- w_2 ——试样中钾的质量分数;
- ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL);
- 1 000 ——将 g/mL 换算为 g/L 的系数。

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

试样溶液中的钾在 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,发射强度与钾原子浓度成正比。

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,均应按 HG/T 2843 的规定执行。

4.2.2.1 钾标准溶液: $\rho(\text{K}) = 1\,000 \mu\text{g}/\text{mL}$;

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 带有温度控制的水平往复式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

分别吸取钾标准溶液(4.2.2.1) 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。此标准系列溶液钾的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、

20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、80.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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 766.491 nm 处测定各标准溶液的发射强度。以标准系列溶液钾的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,相应的发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准系列溶液的质量浓度。

4.2.4.4 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,测得钾的发射强度,在工作曲线上查出相应钾的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

4.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同 4.2.4.4。

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

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做要求。

4.2.7 质量浓度的换算

按 4.1.7 的规定执行。