



中华人民共和国国家标准

GB/T 40461—2021

肥料中钠含量的测定

Determination of sodium content for fertilizers

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本文件起草单位：临沂市检验检测中心、山东省产品质量检验研究院、深圳市芭田生态工程股份有限公司、上海化工院检测有限公司。

本文件主要起草人：窦兴霞、商照聪、张娟、黄培钊、王岩、谭占鳌、徐楠、殷慧敏、何源、田烨玮。



4.4 试样溶液的制备

4.4.1 固体肥料

无机肥料:称取约 0.5 g(精确至 0.1 mg)按 4.3 制备的试样于 100 mL 容量瓶中,加水 50 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,弃去最初几毫升后,滤液待测。

其他肥料:称取约 0.5 g(精确至 0.1 mg)按 4.3 制备的试样于 100 mL 容量瓶中,加柠檬酸溶液 50 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,弃去最初几毫升后,滤液待测。

4.4.2 液体肥料

称取约 0.5 g(精确至 0.1 mg)按 4.3 制备的试样于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升后,滤液待测。

4.4.3 空白溶液的制备

除不加试样外,其他步骤同 4.4.1 或 4.4.2。

5 电感耦合等离子体发射光谱法

5.1 原理

试样溶液中的钠在电感耦合等离子体发射光谱仪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。

5.2 试剂或材料

5.2.1 除非另有说明,均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中二级水要求的水。

5.2.2 氯化钠标准品:纯度 $> 99.99\%$ 。

5.2.3 钠标准储备溶液: $\rho(\text{Na}) = 1\text{ mg/mL}$ 。准确称取 2.541 9 g 经 110°C 干燥 2 h 的氯化钠标准品(5.2.2),用水溶解后定容于 1 000 mL 的容量瓶中,混匀,储存于塑料瓶中。或使用配备标准物质证书的钠标准储备溶液。

5.2.4 高纯氩气:含量 $\geq 99.999\%$ 。

5.3 仪器设备

5.3.1 通常实验室仪器。

5.3.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.4 仪器参考条件

推荐的仪器主要操作条件参见表 1。

表 1 电感耦合等离子体发射光谱仪参考操作条件

元素	分析谱线 nm	功率 W	等离子气流量 L / min	辅助气流量 L/min	雾化气流量 L/min
Na	589.59	1 200	12.0	1.0	0.7

注：可根据不同仪器灵敏度调整仪器的操作条件。

5.5 试验步骤

5.5.1 工作曲线的绘制

分别吸取钠标准储备溶液(5.2.3) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.0 mL、10.00 mL 于 6 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 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。用等离子体发射光谱仪在波长 589.59 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($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线或拟合回归方程。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度或选择次灵敏线。

5.5.2 测定

试样溶液(4.4.1 或 4.4.2)直接或适当稀释后,在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钠的辐射强度,由工作曲线或回归方程得出相应钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.5.3 空白试验

采用空白溶液(4.4.3),其他步骤同样品测定(5.5.2)。

5.6 试验数据处理

钠(Na)含量 w ,以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times D \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——试样溶液中钠的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中钠的质量浓度,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;

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均数值为测定结果。

5.7 精密度

在重复性条件下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 8%,以大于这两个测定值的算术平均值的 8%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下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 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

5.8 液体肥料质量浓度的换算

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

$$\rho(\text{Na}) = 10w\rho \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w —— 试样中钠的质量分数, %;

ρ —— 液体试样的密度(按 NY/T 887 测得的值),单位为克每毫升(g/mL)。

6 火焰原子吸收光谱法

6.1 原理

试样溶液中的钠,经原子化器将其转变成原子蒸汽,产生的原子蒸汽吸收 589.0 nm 共振线,在一定浓度范围内,吸光度的大小与钠含量成正比。通过测量 589.0 nm 的吸光度,得出钠含量。

6.2 试剂和材料

6.2.1 除非另有说明,均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中二级水要求的水。

6.2.2 氯化铯溶液: $\rho(\text{CsCl}) = 4 \text{ g/L}$ 。称取 4.0 g 氯化铯溶于水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

6.2.3 钠标准溶液: $\rho(\text{Na}) = 100 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取钠标准储备溶液(5.2.3)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

6.2.4 溶解乙炔,体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

6.3 仪器设备

6.3.1 通常实验室仪器。

6.3.2 火焰原子吸收光谱仪,附有空气-乙炔燃烧器和钠空心阴极灯。

6.4 仪器参考条件

推荐的仪器主要操作条件参见表 2。

表 2 火焰原子吸收光谱仪操作参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	燃气流量 L/min	测定方式
Na	589.0	0.5	8	1.1	吸收
注:可根据不同仪器灵敏度调整仪器的操作条件。					

6.5 试验步骤

6.5.1 工作曲线的绘制

分别吸取钠标准溶液(6.2.3) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,加氯化铯溶液(6.2.2)5 mL,用水定容至刻度,混匀。此标准系列溶液钠的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、6.00 $\mu\text{g/mL}$ 。由低浓度到高浓度分别测定各标准溶液的吸光度。以各标准溶液钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,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或选择次灵敏线。

6.5.2 测定

试样溶液(4.4.1 或 4.4.2)直接或适当稀释后,在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定试样溶液的吸光度,在工作曲线上查出相应钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

6.5.3 空白试验

采用空白溶液(4.4.3),其他步骤同样品测定(6.5.2)。

注：在空白溶液和试样最终溶液中加入一定量的氯化钡溶液,使氯化钡浓度达到 0.02%。

6.6 试验数据处理

按 5.6 的要求处理数据。



6.7 精密度

在重复性条件下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数平均值的 7%,以大于这两个测定值的算数平均值的 7%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下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数平均值的 23%,以大于这两个测定值的算数平均值的 23%的情况不超过 5%为前提。

6.8 液体肥料质量浓度的换算

按 5.8 的要求进行换算。

7 火焰原子发射光谱法

7.1 原理

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 589.0 nm 的发射谱线强度,得到钠含量。

7.2 试剂或材料

7.2.1 除非另有说明,均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中二级水要求的水。

7.2.2 钠标准溶液: $\rho(\text{Na}) = 100 \mu\text{g/mL}$ 。准确吸取钠标准储备溶液(5.2.3)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

7.2.3 溶解乙炔,体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

7.3 仪器设备

7.3.1 通常实验室仪器。

7.3.2 火焰原子发射光谱仪。

7.4 仪器参考条件

仪器的主要条件参见表 3。

表 3 火焰原子发射光谱仪操作参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	燃气流量 L/min	测定方式
Na	589.0	0.5	1.1	发射
注：可根据不同仪器灵敏度调整仪器的操作条件。				

7.5 试验步骤

7.5.1 工作曲线的绘制

分别吸取钠标准溶液(7.2.2) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。此标准系列溶液钠的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、6.00 $\mu\text{g/mL}$ 。在选定最佳工作条件下,测定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。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度或选择次灵敏线。

7.5.2 测定

试样溶液(4.4.1 或 4.4.2)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($\mu\text{g/mL}$)。

7.5.3 空白试验

采用空白溶液(4.4.3),其他步骤同样品测定(7.5.2)。

7.6 试验数据处理

按 5.6 的要求处理数据。

7.7 精密度

在重复性条件下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数平均值的 7%,以大于这两个测定值的算数平均值的 7%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下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数平均值的 16%,以大于这两个测定值的算数平均值的 16%的情况不超过 5%为前提。

7.8 液体肥料质量浓度的换算

按 5.8 的要求进行换算。

8 火焰光度计法

8.1 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,得出钠含量。

8.2 试剂或材料

8.2.1 除非另有说明,均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中二级水要求的水。

8.2.2 钠标准溶液: $\rho(\text{Na}) = 100 \mu\text{g/mL}$ 。准确吸取钠标准储备溶液(5.2.3)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

8.2.3 液化石油气。

8.3 仪器设备

8.3.1 通常实验室仪器。

8.3.2 火焰光度计。

8.4 试验步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

分别吸取钠标准溶液(8.2.2) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列溶液钠的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、6.00 $\mu\text{g/mL}$ 。以 0 $\mu\text{g/mL}$ 的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。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。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

8.4.2 测定

将试样溶液(4.4.1 或 4.4.2)直接或适当稀释后,在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钠的发射强度,在工作曲线上查出相应钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

8.4.3 空白试验

采用空白溶液(4.4.3),其他步骤同样品测定(8.4.2)。

8.5 试验数据处理

按 5.6 的要求处理数据。

8.6 精密度

在重复性条件下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数平均值的 5%,以大于这两个测定值的算数平均值的 5%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下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数平均值的 41%,以大于这两个测定值的算数平均值的 41%的情况不超过 5%为前提。

8.7 液体肥料质量浓度的换算

按 5.8 的要求进行换算。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- a) 试验对象；
 - b) 本文件编号；
 - c) 试验的相关数据；
 - d) 检测结果；
 - e) 试验日期；
 - f) 本文件中未规定或视为可选的所有操作细节，以及测试时发生的可能影响测试结果的任何事件。
-