

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2878—2015

水溶肥料 聚天门冬氨酸含量的测定

Water-soluble fertilizers—Determination of poly-aspartic acid content

2015-12-29 发布

2016-04-01 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—2009 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：刘蜜、韩岩松、侯晓娜、崔琦。

水溶肥料 聚天门冬氨酸含量的测定

1 范围

本标准规定了水溶肥料聚天门冬氨酸含量测定的氨基酸自动分析仪试验方法。

本标准适用于以聚天门冬氨酸为主要成分的有机水溶肥料的测定。本标准也适用于添加聚天门冬氨酸、不含硝态氮的大量元素水溶肥料等含氮肥料的测定。

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。

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

NY/T 1975 水溶肥料 游离氨基酸含量的测定

3 原理

试样中的聚天门冬氨酸经盐酸溶液水解后,用氨基酸自动分析仪测定,得到水解天门冬氨酸和游离天门冬氨酸的总含量,同时测定试样中的游离天门冬氨酸含量,两者之差即为聚天门冬氨酸含量。

4 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合氨基酸自动分析仪设备的要求。

4.1 盐酸。

4.2 氢氧化钠溶液, $\rho(\text{NaOH}) = 500 \text{ g/L}$ 。

4.3 盐酸溶液:1+1。

4.4 柠檬酸钠缓冲液, $\text{pH} = 2.2$ 。称取 19.6 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用水溶解并转移至 1 000 mL 容量瓶中,加入 16.5 mL 盐酸(4.1),用水定容,混匀,必要时可用盐酸(4.1)和氢氧化钠溶液(4.2)调节 pH 至 2.2。过孔径 0.45 μm 微孔滤膜后备用。

4.5 天门冬氨酸标准溶液。

5 仪器

5.1 通常实验室仪器。

5.2 氨基酸自动分析仪。

5.3 水解管:硬质玻璃管,体积为 15 mL~20 mL。

5.4 喷灯。

5.5 真空泵。

5.6 恒温干燥箱:温度可控制在 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.7 离心机(10 000 r/min 以上)或微孔滤膜(孔径 0.45 μm)及过滤器、注射器。

5.8 蒸干装置:试管浓缩仪或其他浓缩装置。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

固体样品缩分至约 100 g, 将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿, 可通过 1.00 mm 试验筛), 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。

6.2 试样溶液的制备

称取试样 0.5 g~1 g(精确到 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中, 充分溶解后, 用水稀释至刻度, 混匀, 放置过夜后吸取上清液(或过滤后吸取滤液)1 mL 于水解管中, 准确加入 1 mL 盐酸(4.1)和 8 mL 盐酸溶液(4.3)。将水解管接在真空泵上抽真空至少 1 min 后, 在抽真空状态下用喷灯封口。将封好的水解管置于(110±2)℃的恒温干燥箱中, 水解 22 h~24 h 后, 取出冷却, 打开水解管, 将水解液离心 15 min 或用微孔滤膜过滤。吸取上清液(或滤液)1 mL, 蒸干。准确加入 1 mL~5 mL 的柠檬酸钠缓冲液(4.4)溶解, 使天门冬氨酸浓度处于仪器最佳检测范围内, 供仪器测定用。

注: 当试样中含有金属元素时, 则在“打开水解管”后吸取水解液 2 mL, 准确加入 10 g/L 的乙二胺四乙酸二钠溶液 2 mL, 混匀, 然后按“离心 15 min 或用微孔滤膜过滤……供仪器测定用”进行操作。

6.3 测定

按仪器说明书要求, 使天门冬氨酸标准溶液(4.5)浓度处于仪器最佳检测范围内, 作为外标上机测定。

注: 天门冬氨酸标准溶液通常的上机浓度为 100 nmol/mL。

用外标法测定试样溶液中天门冬氨酸的含量, 此为聚天门冬氨酸和游离天门冬氨酸的总含量。

7 游离天门冬氨酸含量的测定

按 NY/T 1975 的规定测定游离天门冬氨酸的含量。

8 分析结果的表述

8.1 聚天门冬氨酸和游离天门冬氨酸的总含量以质量分数 ω_1 计, 数值以百分率表示, 按式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{nMDV_1 \times 10^3}{mV \times 10^9} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

n —— 仪器进样体积 V 中天门冬氨酸的物质的量, 单位为纳摩尔(nmol);

M —— 天门冬氨酸的摩尔质量(133.1), 单位为克每摩尔(g/mol);

D —— 稀释倍数;

V_1 —— 定容体积(250), 单位为毫升(mL);

10^3 —— 将毫升换算成微升的系数, 以微升每毫升($\mu\text{L}/\text{mL}$)表示;

m —— 试料的质量, 单位为克(g);

V —— 仪器进样体积, 单位为微升(μL);

10^9 —— 将克换算成纳克的系数, 以纳克每克(ng/g)表示。

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 1 位。

8.2 聚天门冬氨酸含量以质量分数 ω 计, 数值以百分率(%)表示, 按式(2)计算。

$$\omega = \omega_1 - \omega_2 \quad (2)$$

式中:

ω_1 —— 试样中聚天门冬氨酸和游离天门冬氨酸的总质量分数;

ω_2 —— 试样中游离天门冬氨酸的质量分数。

结果保留到小数点后 1 位。

9 允许差

9.1 平行测定结果的允许差

聚天门冬氨酸和游离天门冬氨酸的总含量平行测定结果的相对相差不大于 10%；游离天门冬氨酸含量平行测定结果的允许差按 NY/T 1975 的规定执行。

9.2 不同实验室测定结果的允许差

聚天门冬氨酸含量不同实验室测定结果的相对相差不大于 20%。

10 质量浓度的换算

液体试样聚天门冬氨酸含量以质量浓度 ρ_1 计,单位为克每升(g/L),按式(3)计算。

$$\rho_1 = 1000\omega\rho \quad (3)$$

式中:

1 000 —— 将克每毫升换算为克每升的系数,以毫升每升(mL/L)表示;

ω —— 试样中聚天门冬氨酸的质量分数;

ρ —— 液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留至整数。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

