

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2879—2015

水溶肥料 钴、钛含量的测定

Water-soluble fertilizers—Determination of cobalt, titanium 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：范洪黎、韩岩松、黄均明、崔琦。

水溶肥料 钴、钛含量的测定

1 范围

本标准规定了水溶肥料钴、钛含量测定的试验方法。

本标准适用于水溶肥料钴、钛含量的测定。

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 3696 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

NY/T 887 液体肥料密度的测定

3 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不含金属材质的 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 孔径筛),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。

4 试样溶液的制备

4.1 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,均应按 HG/T 3696 的规定执行。

4.2 仪器

4.2.1 通常实验室仪器。

4.2.2 恒温振荡器。

4.3 制备方法

4.3.1 固体试样

称取试样 0.2 g~5 g(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 ± 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。

4.3.2 液体试样

称取试样 0.2 g~5 g(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 测定

5.1 钴含量的测定 等离子体发射光谱法

5.1.1 原理

试样溶液中的钴在 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,发射强度与钴原子浓度成正比。

5.1.2 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,均应按 HG/T 3696 的规定执行。

5.1.2.1 钴标准溶液: $\rho(\text{Co}) = 1\,000\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.1.2.2 高纯氩气: 纯度 99.99 % 以上。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 通常实验室仪器。

5.1.3.2 等离子体发射光谱仪。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 标准曲线的绘制

分别吸取钴标准溶液(5.1.2.1) 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 6 个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列溶液钴的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准系列溶液的质量浓度。

5.1.4.2 试样溶液的测定

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,测得钴的发射强度,在标准曲线上查出相应钴的质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

5.1.4.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

5.1.5 分析结果的表述

钴(Co)含量以质量分数 $\omega(\text{Co})$ 计,数值以百分率表示,按式(1)计算。

$$\omega(\text{Co}) = \frac{(\rho - \rho_0)DV_1}{m \times 10^4} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查出的试样溶液钴的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——由标准曲线查出的空白溶液中钴的质量浓度,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;

V_1 ——试样溶液的总容积,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,以微克每克($\mu\text{g}/\text{g}$)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 2 位。

5.1.6 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。

5.1.7 质量浓度的换算

液体试样钴(Co)含量以质量浓度 $\rho(\text{Co})$ 计,单位为克每升(g/L),按式(2)计算。

$$\rho(\text{Co}) = 1000 \omega(\text{Co}) \rho \quad (2)$$

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;

$\omega(\text{Co})$ ——试样中钴(Co)的质量分数;

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后1位。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

5.2 钛含量的测定 等离子体发射光谱法

5.2.1 原理

试样溶液中的钛在 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,发射强度与钛原子浓度成正比。

5.2.2 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,均应按 HG/T 3696 的规定执行。

5.2.2.1 钛标准溶液: $\rho(\text{Ti})=1\,000\,\mu\text{g/mL}$ 。

5.2.2.2 高纯氩气:纯度 99.99% 以上。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 等离子体发射光谱仪。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标准曲线的绘制

分别吸取钛标准溶液(5.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 6 个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列溶液钛的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

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

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准系列溶液的质量浓度。

5.2.4.2 试样溶液的测定

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,测得钛的发射强度,在标准曲线上查出相应钛的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.2.4.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

5.2.5 分析结果的表述

钛(Ti)含量以质量分数 $\omega(\text{Ti})$ 计,数值以百分率表示,按式(3)计算。

$$\omega(\text{Ti}) = \frac{(\rho - \rho_0)DV_1}{m \times 10^6} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查出的试样溶液钛的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——由标准曲线查出的空白溶液中钛的质量浓度,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_1 ——试样溶液的总体积,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,以微克每克($\mu\text{g/g}$)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2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。

5.2.7 质量浓度的换算

液体试样钛(Ti)含量以质量浓度 $\rho(\text{Ti})$ 计,单位为克每升(g/L),按式(4)计算。

$$\rho(\text{Ti}) = 1000\omega(\text{Ti})\rho \quad \dots\dots\dots (4)$$

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;

$\omega(\text{Ti})$ ——试样中钛(Ti)的质量分数;

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后 1 位。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。