ICS 65.080
B 10

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2272—2012

土壤调理剂　钙、镁、硅含量的测定

Soil amendment—
Determination of calcium, magnesium and silicon 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、孙蓟锋、韩岩松、张跃。

土壤调理剂　钙、镁、硅含量的测定

1　范围

本标准规定了土壤调理剂钙、镁、硅含量测定的试验方法。

本标准适用于土壤调理剂钙、镁、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。

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　钙含量的测定

3.1　原子吸收分光光度法(仲裁法)

3.1.1　原理

试样溶液中的钙在微酸性介质中，以一定量的锶盐作释放剂，在贫燃性空气—乙炔焰中原子化，所产生的原子蒸气吸收从钙空心阴极灯射出的特征波长 422.7 nm 的光，吸光度值与钙基态原子浓度成正比。

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，均应按 HG/T 2843 规定执行。

3.1.2.1　盐酸溶液：1+1。

3.1.2.2　氯化锶溶液：$\rho(SrCl_2 \cdot 6H_2O) = 60.9$ g/L。称取 60.9 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶于300 mL 水和 420 mL 盐酸溶液(3.1.2.1)中，用水定容至 1 000 mL，混匀。

3.1.2.3　钙标准储备液：$\rho(Ca)=1\,000$ μg/mL。

3.1.2.4　钙标准溶液：$\rho(Ca)=100$ μg/mL。吸取钙标准储备液(3.1.2.3)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸溶液(3.1.2.1)，用水定容，混匀。

3.1.2.5　盐酸溶液：$c(HCl)=0.5$ mol/L。

3.1.2.6　溶解乙炔。

3.1.3　仪器

3.1.3.1　通常实验室仪器。

3.1.3.2　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。

3.1.3.3　原子吸收分光光度计，附有空气—乙炔燃烧器及钙空心阴极灯。

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。

3.1.4.2　试样溶液的制备

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 容量瓶中，加入 150 mL 预先加热至 28℃～30℃的盐酸溶液(3.1.2.5)，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℃，用频率设定为(180±20)r/min 的振荡器(3.1.3.2)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。

3.1.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取钙标准溶液(3.1.2.4)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，分别加入 4 mL 盐酸溶液(3.1.2.1)和 10 mL 氯化锶溶液(3.1.2.2)，用水定容，混匀。此标准系列溶液钙的质量浓度分别为 0 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、4.00 μg/mL、8.00 μg/mL、10.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下，于波长 422.7 nm 处，使用贫燃性空气—乙炔火焰，以钙含量为 0 的标准溶液为参比溶液调零，测定各标准溶液的吸光值。以标准系列溶液钙的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应吸光值为纵坐标，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。

3.1.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶内，加入 4 mL 盐酸溶液(3.1.2.1)和 10 mL 氯化锶溶液(3.1.2.2)，用水定容，混匀。在与测定标准系列溶液相同的仪器条件下，测定其吸光值，在工作曲线上查出相应钙的质量浓度(μg/mL)。

3.1.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同 3.1.4.4。

3.1.5 分析结果的表述

钙(Ca)含量以质量分数 w_1(%)表示，按式(1)计算。

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

式中：

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液钙的质量浓度，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钙的质量浓度，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 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。

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。

3.1.7 质量浓度的换算

液体试样钙(Ca)含量以质量浓度 ρ_1(g/L)表示，按式(2)计算。

$$\rho_1 = 1000 w_1 \rho \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

w_1 ——试样中钙的质量分数；

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。

3.2 等离子体发射光谱法

3.2.1 原理

试样溶液中的钙在 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，发射强度与钙原子浓度成正比。

3.2.2 试剂和材料

3.2.2.1 钙标准溶液：$\rho(Ca)=1\ 000\ \mu g/mL$。

3.2.2.2 盐酸溶液：$c(HCl)=0.5\ mol/L$。

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 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。

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

按 3.1.4.1 的规定执行。

3.2.4.2 试样溶液的制备

按 3.1.4.2 的规定执行。

3.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取钙标准溶液(3.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.00 mL、5.00 mL 于六个 100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。此标准系列溶液钙的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、50.0 μg/mL。

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 317.933 nm 处测定各标准溶液的发射强度。以标准系列溶液钙的质量浓度(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调整标准系列溶液的质量浓度。

3.2.4.4 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，测得钙的发射强度，在工作曲线上查出相应钙的质量浓度(μg/mL)。

3.2.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同 3.2.4.4。

3.2.5 分析结果的表述

按 3.1.5 的规定执行。

3.2.6 允许差

按 3.1.6 的规定执行。

3.2.7 质量浓度的换算

按 3.1.7 的规定执行。

4 镁含量的测定

4.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

4.1.1 原理

试样溶液中的镁在微酸性介质中，以一定量的锶盐作释放剂，在贫燃性空气—乙炔焰中原子化，所产生的原子蒸气吸收从镁空心阴极灯射出的特征波长 285.2 nm 的光，吸光度值与镁基态原子浓度成正比。

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 盐酸溶液：1+1；

4.1.2.2 氯化锶溶液：$\rho(SrCl_2 \cdot 6H_2O)=60.9$ g/L。称取 60.9 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶于 300 mL 水和 420 mL 盐酸溶液(4.1.2.1)中，用水定容至 1 000 mL，混匀；

4.1.2.3 镁标准储备液：$\rho(Mg)=1\ 000$ μg/mL；

4.1.2.4 镁标准溶液：$\rho(Mg)=100$ μg/mL。准确吸取镁标准储备液(4.1.2.3)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸溶液(4.1.2.1)，用水定容，混匀；

4.1.2.5 盐酸溶液：$c(HCl)=0.5$ mol/L；

4.1.2.6 溶解乙炔。

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或具有相同功效的振荡装置；

4.1.3.3 原子吸收分光光度计：附有空气—乙炔燃烧器及镁空心阴极灯。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 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。

4.1.4.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 容量瓶中，加入 150 mL 预先加热至 28℃～30℃的盐酸溶液(4.1.2.5)，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(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

分别吸取镁标准溶液(4.1.2.4)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，分别加入 4 mL 盐酸溶液(4.1.2.1)和 10 mL 氯化锶溶液(4.1.2.2)，用水定容，混匀。此标准系列溶液镁的质量浓度分别为 0 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、4.00 μg/mL、8.00 μg/mL、10.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下，于波长 285.2 nm 处，使用贫燃性空气—乙炔火焰，以镁含量为 0 的标准溶液为参比溶液调零，测定各标准溶液的吸光值。以标准系列溶液镁的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，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。

4.1.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶内，加入 4 mL 盐酸溶液(4.1.2.1)和 10 mL 氯化锶溶液(4.1.2.2)，用水定容，混匀。在与测定标准系列溶液相同的仪器条件下，测定其吸光值，在工作曲线上查出相应镁的质量浓度(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

镁(Mg)含量以质量分数 w_2(%)表示，按式(3)计算。

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

式中：

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液镁的质量浓度，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镁的质量浓度，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 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 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。

4.1.7 质量浓度的换算

液体试样镁(Mg)含量以质量浓度 ρ_2(g/L)表示，按式(4)计算。

$$\rho_2 = 1000 w_2 \rho \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

w_2 ——试样中镁的质量分数；

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

试样溶液中的镁在 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，发射强度与镁原子浓度成正比。

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 镁标准溶液：ρ(Mg)=1 000 μg/mL；

4.2.2.2 盐酸溶液：c(HCl)=0.5 mol/L；

4.2.2.3 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**

分别吸取镁标准溶液(4.2.2.1)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,用水定容,混匀。此标准系列溶液镁的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、50.0 μg/mL。

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 285.213 nm 处测定各标准溶液的发射强度。以标准系列溶液镁的质量浓度(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,测得镁的发射强度,在工作曲线上查出相应镁的质量浓度(μg/mL)。

4.2.4.5 **空白试验**

除不加试样外,其他步骤同 4.2.2。

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**

按 4.1.6 的规定执行。

4.2.7 **质量浓度的换算**

按 4.1.7 的规定执行。

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,发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,均应按 HG/T 2843 的规定执行。

5.2.1 硅标准溶液:$\rho(Si)=1\,000\ \mu g/mL$;

5.2.2 盐酸溶液:$c(HCl)=0.5\ mol/L$;

5.2.3 高纯氩气。

5.3 **仪器**

5.3.1 通常实验室仪器;

5.3.2 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;

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。

5.4.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 容量瓶中，加入 150 mL 预先加热至 28℃～30℃的盐酸溶液(5.2.3)，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(5.3.2)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。

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，转移至塑料瓶中保存。此标准系列溶液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发射强度。以标准系列溶液硅的质量浓度(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调整标准系列溶液的质量浓度。

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，测得硅的发射强度，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 5.4.4。

5.5 分析结果的表述

硅(Si)含量以质量分数 w_3(%)表示，按式(5)计算。

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \cdots\cdots (5)$$

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 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。

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做要求。

5.7 质量浓度的换算

液体试样硅(Si)含量以质量浓度 ρ_3(g/L)表示，按式(6)计算。

$$\rho_3 = 1000 w_3 \rho \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

w_3 ——试样中硅的质量分数；

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。

NY/T 2272—2012

中华人民共和国
农业行业标准
土壤调理剂　钙、镁、硅含量的测定
NY/T 2272—2012
*　*　*
中国农业出版社出版
（北京市朝阳区麦子店街18号楼）
（邮政编码：100125　网址：www.ccap.com.cn）
中国农业出版社印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经销
*　*　*
开本 880mm×1230mm 1/16　印张 1　字数 10 千字
2013年1月第1版　2013年3月北京第2次印刷
书号：16109·2623
定价：24.00元

版权专有　侵权必究
举报电话：(010) 65005894

NY/T 2272—2012