

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 888—2004

肥料中铬含量的测定

Determination of chromium content for fertilizers

2005-01-04 发布

2005-02-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

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：中国农业科学院土壤肥料研究所、国家肥料质量监督检验中心(上海)、国家化肥质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：王敏、杨晓霞、张跃、范洪黎。

轻快PDF阅读器

肥料中铬含量的测定

1 范围

本标准规定了测定肥料中铬含量的原子吸收分光光度法和二苯碳酰肼分光光度法。

本标准中原子吸收分光光度法适用于各种类型肥料中铬含量的测定,二苯碳酰肼分光光度法适用于除试样溶液经处理仍难以脱色的叶面肥料之外的其他类型肥料中铬的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

3 试剂和材料

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。本标准所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

3.1 水,GB/T 6682,二级。

3.2 无水碳酸钠(Na_2CO_3)。

3.3 硝酸钠(NaNO_3)。

3.4 盐酸,优级纯,密度约为 1.19 g/mL。

3.5 硝酸,优级纯,密度约为 1.42 g/mL。

3.6 盐酸溶液:1+5。

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

3.8 硫酸溶液:1+1。

3.9 硫酸溶液:1+6。

量取 100 mL 浓硫酸,徐徐加入 600 mL 水中,并加入高锰酸钾溶液,使之呈现粉红色。

3.10 焦硫酸钾溶液:100 g/L。

3.11 高锰酸钾溶液:3 g/L。

3.12 尿素溶液:200 g/L。

3.13 亚硝酸钠溶液:20 g/L。

3.14 二苯碳酰肼溶液:5 g/L。

称取 0.5 g 二苯碳酰肼[(C_6H_5)₂(NH)₄CO]溶于 100 mL 丙酮中,贮放于暗、冷处。如溶液氧化后(带有褐色时),则不能使用。

3.15 铬标准储备溶液: $\rho(\text{Cr})=1 \text{ mg/mL}$ 。

按 HG/T 2843 配制。

3.16 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr})=50 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

吸取 5.00 mL 铬标准储备溶液(3.15)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.7)稀释至刻度,混匀。

3.17 铬标准溶液： $\rho(\text{Cr}) = 2 \mu\text{g/mL}$

吸取一定量的铬标准储备溶液(3.15)，用水准确稀释 500 倍，混匀。使用时现配

3.18 溶解乙炔，或相同规格的乙炔。

4 仪器与设备

4.1 分析实验室通常使用的仪器设备。

4.2 原子吸收分光光度计：配有铬空心阴极灯和空气—乙炔燃烧器。

4.3 箱式电阻炉：额定温度 1 000℃。

4.4 分光光度计：带有光程为 1 cm 的吸收池。

5 试样的制备

按相应的产品标准制备试样。

6 铬含量的测定 原子吸收分光光度法

6.1 原理

试样经盐酸—硝酸(王水)溶解后，各种价态铬化合物转变为可溶性的六价铬离子。试液中的铬，在富燃性空气—乙炔火焰的高温下，形成铬基态原子，并对铬空心阴极灯发射的特征波长 357.9 nm 的光产生选择性吸收，吸光度的大小与铬基态原子浓度成正比。加焦硫酸钾作抑制剂，可消除试液中钼、铅、钴、铝、铁、钒、镍和镁离子对铬测定的干扰。

6.2 分析步骤

6.2.1 试样溶液的制备

称取试样 2 g~5 g(精确至 0.001 g)，置于 400 mL 高型烧杯中，加入 30 mL 盐酸和 10 mL 硝酸，盖上表面皿在电热板上徐徐加热(若反应激烈产生泡沫时，自电热板上移开放冷片刻)，等激烈反应结束后，稍微移开表面皿继续加热，使酸全部蒸发至近干涸，以赶尽硝酸。冷却后加入 25 mL 盐酸溶液(3.6)，加热溶解，冷却至室温后转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，保留滤液待测定用。

6.2.2 标准工作曲线绘制

准确吸取铬标准溶液(3.16) 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，然后分别加入焦硫酸钾溶液 10 mL，用盐酸溶液(3.7)定容至刻度，混匀，其铬的浓度分别为 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 。标准溶液系列的浓度范围可根据样品中铬含量的多少和仪器灵敏度高低适当调整。

按照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态。然后，于波长 357.9 nm 处，使用空气—乙炔还原性火焰，以铬含量为 0 的标准溶液为参比溶液，校正仪器零点后，依次测定各标准溶液的吸光度。

用吸光度及与之对应的铬浓度绘制标准工作曲线。

6.2.3 试液的测定

吸取一定量的试样溶液(6.2.1)于 100 mL 容量瓶中(试液的铬浓度应在标准溶液系列的浓度范围内)，加入焦硫酸钾溶液 10 mL，用盐酸溶液(3.7)稀释至刻度，混匀，作为上机测定用试液。

在与测定标准溶液相同的条件下，测定试液的吸光度，用标准工作曲线查出或计算出相应的铬浓度。仪器有浓度直读功能的，则可直接测得试液的铬浓度。

6.2.4 空白试验

除不加试料外，其余分析步骤同样品测定。

6.3 结果计算

铬(Cr)含量 ω_1 ，以质量分数计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_3}{m_1 \cdot V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
ρ ——试样溶液中铬浓度的数值,单位为微克每毫升(μg/mL)；
ρ₀ ——空白试液中铬浓度的数值,单位为微克每毫升(μg/mL)；
m₁ ——试料的质量的数值,单位为克(g)；
V₁ ——消化后试样溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL)；
V₂ ——测定时吸取的试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)；
V₃ ——加入焦硫酸钾后的试样溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.4 允许差

平行测定结果的允许差应符合表 1 要求：

表 1

铬含量的质量分数(以 Cr 计) mg/kg	允许的相对相差 %
< 1	100
1 ~ 20	50
100 ~ 20	25
> 100	10

7 铬含量测定 二苯碳酰肼分光光度法

7.1 原理

采用氧化性熔剂(碳酸钠和硝酸钠),在高温熔融时将铬氧化,再用水萃取所生成的铬酸盐,与铁等分离后,在酸性溶液中,1,5-二苯碳酰肼(二苯卡巴肼)与六价铬反应生成紫红色化合物,于波长 540 nm 处,用分光光度计测定其吸光度,从而换算出铬含量。

7.2 分析步骤

7.2.1 试样溶液的制备

7.2.1.1 不含有机物的肥料

称取 0.5 g~1 g 的试样(精确至 0.001 g)于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠和 0.5 g 硝酸钠的混合物(应预先用玛瑙研钵研细并充分混合),将坩埚置于高温炉中,慢慢加热直至 900℃,灼烧 15 min,使混合物熔融。然后将坩埚取出,慢慢地转动坩埚,使熔融物冷却后薄薄地附于坩埚内壁。将熔融物和坩埚一起放入烧杯中,加适量的水,于水浴上加热,使熔融物溶解。将坩埚用水洗涤后取出,用玻璃棒将不溶物充分研碎,以便铬酸全部萃取出来。然后用水将其洗入 250 mL 容量瓶中,冷却后定容至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液,保留滤液供测定用。

7.2.1.2 含有机物的肥料

称取约 1 g 的试样(精确至 0.001 g)于铂坩埚中,先置于电炉上低温缓慢加热碳化,待黑烟冒尽后,移入高温炉中,升温至 530℃,灼烧约 30 min 后,再升温至 830℃,灼烧约 1 h,使之灰化。如灰化不完全,可在冷却后加入硫酸溶液(3.8)8 滴及硝酸 5 mL,放在电热板上蒸发至干涸,必要时可再添加几次少量的硝酸,待完全灰化后,移入高温炉中,由低温逐渐升温至 500℃后灼烧 30 min,以除尽硫酸。

冷却后,按 7.2.1.1“加入 5 g 无水碳酸钠和 0.5 g 硝酸钠的混合物……”开始至“……弃去最初几毫升滤液,保留滤液供测定用”为止。

7.2.2 标准工作曲线的绘制

准确吸取铬标准溶液(3.17)0、2.50、5.00、10.0、15.0、20.0、25.0 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,然后加入 2 mL 硫酸溶液(3.9),再加入 1 mL 二苯碳酰肼溶液,用水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液的铬含量分别为 0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0、50.0 μg 。

将溶液静置 15 min 后,以铬含量为 0 的标准溶液作参比溶液,用 1 cm 的吸收池,在波长 540 nm 处,测定各标准溶液的吸光度。

用吸光度及与之对应的铬含量绘制标准工作曲线。

7.2.3 试液的测定

准确吸取一定量的试样溶液(Cr 含量应不大于 50 μg),置于 50 mL 容量瓶中,加入比中和量多 2 mL 的硫酸溶液(3.9),即加入 4 mL 硫酸溶液(3.9)[中和量系根据加入助熔剂碳酸钠的量计算得出。若加入无水碳酸钠 5 g,且稀释倍数为 10 倍,则需加入硫酸溶液(3.9)约 1.83 mL]。将其摇匀后,再向试液中滴加高锰酸钾溶液至粉红色缓慢褪去,能保持约 30 s 即可(若高锰酸钾溶液滴加过量,可加入 1 mL 尿素溶液,滴加亚硝酸钠溶液,充分混匀至高锰酸钾的紫红色刚好褪去)。待溶液颜色完全褪去后,再加入 1 mL 二苯碳酰肼溶液,用水稀释至刻度,混匀。将溶液静置 15 min 后,在与标准溶液测定一致的条件

下,依次测定溶液的吸光度。

由标准工作曲线上查出或计算出相应的铬含量。

7.2.4 空白试验

除不加试料外,其余分析步骤同样品测定。

7.3 结果计算

铬(Cr)含量 ω_2 ,以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{(m - m_0) \times V_4}{m_2 \times V_5} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m ——根据试样溶液所测吸光值,由标准工作曲线查得的铬质量的数值,单位为微克(μg);
- m_0 ——根据空白试液所测吸光值,由标准工作曲线查得的铬质量的数值,单位为微克(μg);
- m_2 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- V_4 ——试样溶液定容总体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_5 ——测定时吸取的试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7.4 允许差

按 6.4 的规定。