



中华人民共和国国家标准

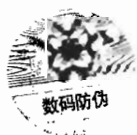
GB/T 22923—2008

肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

Determination of nitrogen, phosphorus and potassium
for fertilizers by auto analyzer

2008-12-31 发布

2009-08-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
GB/T 22923—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-36766 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、天脊煤化工集团股份有限公司、上海晟声自动化分析仪器有限公司。

本标准主要起草人:章明洪、张家宏、段路路、李立华、何建中、武娟、刘婉卿。

本标准是首次发布。

肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

1 范围

本标准规定了使用自动分析仪测定肥料中氮、磷、钾含量的方法。

本标准适用于肥料中氮、磷、钾含量的测定。

流动分析法不适用于含有机质的肥料,氮含量的测定方法不适用于含氮量大于40%的肥料。

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。

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 试验方法

本标准中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

3.1 氮含量的测定 定氮仪法

3.1.1 原理

在酸性介质中还原硝酸盐成铵盐;在混合催化剂存在下,用浓硫酸消化,将酰胺态氮转化为铵盐。从碱性溶液中蒸馏氨,将氨用硼酸吸收液吸收,用硫酸标准滴定溶液滴定。

自动定氮仪可将蒸馏、滴定、结果显示或计算等功能合为一体,自动快速完成。

3.1.2 试剂和材料

3.1.2.1 硫酸;

3.1.2.2 盐酸;

3.1.2.3 铬粉:细度小于 250 μm ;

3.1.2.4 混合催化剂:将 1 000 g 硫酸钾和 50 g 五水硫酸铜充分混合,并仔细研磨;

3.1.2.5 氢氧化钠溶液:350 g/L;

3.1.2.6 甲基红指示液:1 g/L;

3.1.2.7 溴甲酚绿指示液:溶解 100 mg 溴甲酚绿于 100 mL 乙醇中;

3.1.2.8 硼酸吸收液:将 100 g 硼酸溶于 4 500 mL 水中,加入 70 mL 溴甲酚绿指示液和 50 mL 甲基红指示液,稀释至 5 L,混匀;

3.1.2.9 硫酸标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.5\text{ mol/L}$ 。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 通常实验室用仪器;

3.1.3.2 自动消化炉,温度可控制在 340 $^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内;

3.1.3.3 消化管,容积约 350 mL;

3.1.3.4 自动定氮仪,具有凯氏蒸馏、自动滴定功能,最小滴定单位为 0.01 mL。

3.1.4 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

按相应的产品标准规定制备实验室样品。

3.1.4.1 仅含铵态氮样品的处理

称取含氮量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g)置于消化管中,用少量水溶解样品。

3.1.4.2 含硝态氮和铵态氮样品的处理

称取总氮含量约 100 mg、硝态氮含量小于 25 mg 的试样(称准至 0.000 2 g)于消化管中,加入 0.5 g 铬粉,用少量水冲洗管壁,将消化管置于通风橱中,加 5 mL 盐酸于消化管中,在室温下至少静置 5 min,但不超过 10 min。置消化管于已预先升温到 300 °C 的消化炉中,插上梨形玻璃漏斗,加热至沸腾后 1 min~2 min,注意不能蒸干,冷却,冲洗漏斗及消化管壁。

3.1.4.3 含酰胺态氮和铵态氮样品的处理

称取含氮量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g)于消化管中,用少量水冲洗管壁,将消化管置于通风橱中,加入 10 mL 硫酸和 0.5 g 混合催化剂,插上梨形玻璃漏斗,在温度 340 °C 的消化炉中加热 1 h,注意不能蒸干,冷却,冲洗漏斗及消化管壁。

3.1.4.4 含硝态氮和酰胺态氮样品的处理

称取总氮含量约 100 mg、硝态氮含量小于 25 mg 的试样(称准至 0.000 2 g)于消化管中,加入 0.5 g 铬粉,用少量水冲洗管壁,将消化管置于通风橱中,加 5 mL 盐酸于消化管中,在室温下至少静置 5 min,但不超过 10 min。置消化管于已预先升温到 300 °C 的消化炉中,插上梨形玻璃漏斗,加热至沸腾后 1 min~2 min,注意不能蒸干,冷却。小心地加入 10 mL 硫酸和 0.5 g 混合催化剂,重新置于消化炉中,将温度升高到 340 °C,加热至溶液颜色变为紫红色,注意不能蒸干,冷却,冲洗漏斗及消化管壁。

3.1.4.5 不含硝态氮的有机-无机复混肥料样品的处理

称取含氮量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g)于预先干燥的消化管中,将消化管置于通风橱中,加入 10 mL 硫酸和 0.5 g 混合催化剂,插上梨形玻璃漏斗,静止 10 min。将消化管置于消化炉上徐徐加热(若反应激烈产生泡沫较多时,自消化炉上移开放冷片刻),等激烈反应结束后,将消化炉升温至 340 °C 继续消化,直至溶液呈无色或浅色清液。注意不能蒸干,冷却,冲洗漏斗及消化管壁。

3.1.5 蒸馏和滴定

参照仪器使用说明书,设定溶液由蓝色转变为紫红色为滴定终点。

按 3.1.4.1 和 3.1.4.2 制备试样溶液时,设定加氢氧化钠溶液的量 30 mL;按 3.1.4.3 和 3.1.4.5 制备试样溶液时,设定加氢氧化钠溶液的量 60 mL;按 3.1.4.4 制备试样溶液时,设定加氢氧化钠溶液的量 90 mL。

在吸收瓶内加硼酸吸收液 40 mL,将消化管置于自动定氮仪上进行蒸馏、滴定。

3.1.6 空白试验

除不加试样外,按同样操作步骤,使用同样的试剂,进行平行操作。

3.1.7 分析结果的表述

3.1.7.1 分析结果的计算

总氮含量以氮(N)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)c_1 \times 0.014\ 01}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——测定时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

0.014 01——氮的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m_1 ——试料的质量的数值,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值作为测定结果。

3.1.7.2 允许差

平行测定结果的允许差应符合表 1 要求。

表 1

氮的质量分数(以 N 计)/%	平行测定允许差值/%
<10.0	0.20
10.0~20.0	0.30
>20.0	0.40

3.2 氮含量的测定 流动分析法

3.2.1 铵态氮及酰胺态氮含量的测定

3.2.1.1 原理

采用空气片段连续流动分析技术,将试样溶液和试剂在一个连续流动的系统均匀混合,在硝普盐的催化作用下,试样溶液中的铵离子与水杨酸盐和二氯异氰酸盐反应生成蓝色络合物,在波长 660 nm 处测定其吸光度。如试样中含有酰胺态氮,则先将酰胺态氮水解成铵态氮。

3.2.1.2 试剂和材料

3.2.1.2.1 硫酸;

3.2.1.2.2 聚氧乙烯月桂醚溶液:30%水溶液;

3.2.1.2.3 缓冲溶液:称取 40 g 柠檬酸三钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$),溶解于水中,并稀释至 1 000 mL,加入 1 mL 聚氧乙烯月桂醚溶液,混匀;

3.2.1.2.4 水杨酸钠溶液:称取 40 g 水杨酸钠,溶解于水中,再加入 1 g 硝普钠($Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2H_2O$),溶解后稀释至 1 000 mL,一周内可保持稳定;

3.2.1.2.5 二氯异氰酸溶液:称取 20 g 氢氧化钠和 3 g 二氯异氰酸钠($C_3Cl_2N_3NaO_3 \cdot 2H_2O$),溶解于水中,稀释至 1 000 mL;

3.2.1.2.6 铵态氮(NH_4^+-N)标准溶液:10 g/L,称取 4.717 0 g 于 105 °C 干燥 2 h 的硫酸铵于 50 mL 烧杯中,用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.1.3 仪器

3.2.1.3.1 通常实验室用仪器;

3.2.1.3.2 自动消化炉,温度可控制在 340 °C $\pm$ 5 °C 范围内;

3.2.1.3.3 电热板,功率为 1.8 kW~2.4 kW;

3.2.1.3.4 消化管,容积约 350 mL;

3.2.1.3.5 流动分析仪,带铵态氮通道和自动进样装置,铵态氮的检测下限 0.2 mg/L。

3.2.1.4 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

按相应的产品标准规定制备实验室样品。

3.2.1.4.1 仅含铵态氮样品的处理:称取含氮量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加约 100 mL 水和 5 mL 硫酸,加热煮沸 15 min,冷却,定量转移到 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初部分滤液。

3.2.1.4.2 含酰胺态氮和铵态氮样品的处理:称取含氮量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g)于消化管中,用少量水冲洗管壁,将消化管置于通风橱中,加入 5 mL 硫酸,将消化管置于消化炉上,在温度 340 °C 下加热 1 h,冷却,定量转移到 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初部分滤液。

3.2.1.4.3 空白溶液的制备:除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备。

3.2.1.5 分析步骤

3.2.1.5.1 工作曲线的绘制

吸取铵态氮(NH_4^+-N)标准溶液 0、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL 分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中,用相应的空白溶液稀释至刻度,混匀。此标准溶液的浓度分别为 0、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、

400 mg/L。

进行测定前,参照仪器使用说明书,选择最佳工作参数。

然后,将流动分析仪的溶液吸管分别置于缓冲溶液、水杨酸钠溶液、二氯异氰酸溶液中,于波长 660 nm 处,待基线稳定后测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的铵态氮(NH₄⁺-N)浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线或回归线性方程。

3.2.1.5.2 测定

在与测定标准溶液相同的条件下,测定试样溶液的吸光度,从工作曲线或线性方程求出相应的铵态氮浓度。

3.2.1.6 分析结果的表述

3.2.1.6.1 分析结果的计算

铵态氮及酰胺态氮含量以氮(N)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c_2 \times V_2}{m_2 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_2 ——试样溶液中铵态氮浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V_2 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m_2 ——试料的质量的数值,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值作为测定结果。

3.2.1.6.2 允许差

平行测定结果的允许差应符合表 2 要求。

表 2

铵态氮及酰胺态氮的质量分数(以 N 计)/%	平行测定允许差值/%
<10.0	0.30
10.0~20.0	0.40
>20.0	0.50

3.2.2 硝态氮含量的测定

3.2.2.1 原理

采用空气片段连续流动分析技术,将试样溶液和试剂在一个连续流动系统中均匀混合。在硫酸铜作催化剂的碱性溶液中,用联氨将硝酸盐还原成亚硝酸盐,亚硝酸盐与磺胺和 NEDD 反应生成粉红色络合物,在波长 550 nm 处测定其吸光度。

3.2.2.2 试剂和材料

3.2.2.2.1 硫酸铜溶液:1 g/L,称取 0.1 g 硫酸铜(CuSO₄ · 5H₂O),溶解于水中,稀释至 100 mL;

3.2.2.2.2 硫酸锌溶液:10 g/L,称取 1 g 硫酸锌(ZnSO₄ · 7H₂O),溶解于水中,稀释至 100 mL;

3.2.2.2.3 聚氧乙烯月桂醚溶液:30%水溶液;

3.2.2.2.4 氢氧化钠溶液:称取 10 g 氢氧化钠,溶解于水中,小心地加入 3 mL 正磷酸,用水稀释至 1 000 mL,再加入 1 mL 聚氧乙烯月桂醚溶液,混匀;

3.2.2.2.5 硫酸联氨溶液:在 300 mL 水中加入 5 mL 硫酸铜溶液、5 mL 硫酸锌溶液和 1 g 硫酸联氨,溶解后用水稀释至 500 mL,混匀。一周内可保持稳定;

3.2.2.2.6 显色剂:称取 10 g 磺胺,溶解于 300 mL 水中,再加入 0.5 g N-(1-萘基)乙二胺盐酸盐(NEDD)(C₁₂H₁₄N₂ · 2HCl · CH₃OH),搅拌溶解,再加入 100 mL 正磷酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀,储存于棕色试剂瓶中。一周内可保持稳定;

3.2.2.2.7 硝态氮(NO_3^- -N)标准溶液:2.5 g/L,称取 9.022 5 g 于 120 ℃干燥至恒重的硝酸钾于 50 mL 烧杯中,用水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.2.3 仪器

3.2.2.3.1 通常实验室用仪器;

3.2.2.3.2 流动分析仪,带硝态氮通道和自动进样装置,硝态氮的检测下限 0.08 mg/L。

3.2.2.4 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

按相应的产品标准规定制备实验室样品。

称取硝态氮含量约 50 mg 的试样(称准至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加约 100 mL 水,加热煮沸 15 min,冷却,定量转移到 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初部分滤液。

空白溶液的制备:除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备。

3.2.2.5 分析步骤

3.2.2.5.1 工作曲线的绘制

吸取硝态氮(NO_3^- -N)标准溶液 0、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL 分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中,用空白溶液稀释至刻度,混匀。此标准溶液的浓度分别为 0、25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L。

进行测定前,参照仪器使用说明书,选择最佳工作参数。

然后,将流动分析仪的溶液吸管分别置于氢氧化钠溶液、硫酸联氨溶液和显色剂中,于波长 550 nm 处,待基线稳定后测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的硝态氮(NO_3^- -N)浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线或回归线性方程。

3.2.2.5.2 测定

在与测定标准溶液相同的条件下,测定试样溶液的吸光度,从工作曲线或线性方程求出相应的硝态氮浓度。

3.2.2.6 分析结果的表述

3.2.2.6.1 分析结果的计算

硝态氮含量以氮(N)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{c_3 \times V_3}{m_3 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_3 ——试样溶液中硝态氮浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V_3 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m_3 ——试料的质量的数值,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值作为测定结果。

3.2.2.6.2 允许差

平行测定结果的允许差应符合表 3 要求。

表 3

硝态氮的质量分数(以 N 计)/%	平行测定允许差值/%
<10.0	0.30
>10.0	0.40

3.3 磷含量的测定 流动分析仪法

3.3.1 原理

用水提取肥料中的水溶性磷、用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液提取肥料中的有效磷。采用空气

片段连续流动分析技术,将试样溶液和试剂在一个连续流动的系统均匀混合,在加热条件下,用高氯酸使试样溶液正磷酸盐化,正磷酸根与钒钼酸铵试剂反应生成黄色络合物,在波长 420 nm 处测定其吸光度。

3.3.2 试剂和材料

3.3.2.1 硝酸溶液:1+1;

3.3.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:37.5 g/L,称取 37.5 g EDTA 于 1 000 mL 烧杯中,加入少量水溶解,用水稀释至 1 000 mL,混匀;

3.3.2.3 十二烷基硫酸钠溶液:称取 2 g 十二烷基硫酸钠,溶于水中,稀释至 1 000 mL,一周内可保持稳定;

3.3.2.4 高氯酸溶液:量取 330 mL 高氯酸,倒入 500 mL 水中,混匀后稀释至 1 000 mL;

3.3.2.5 钒钼酸铵试剂:

溶液 a:称取 8.2 g 钼酸铵,溶于 300 mL 水中;

溶液 b:称取 0.3 g 钒酸铵,溶于 200 mL 水中,加入 29 mL 高氯酸;

在搅拌下将溶液 a 慢慢地倒入溶液 b 中,再加入 2 g 十二烷基硫酸钠,溶解后稀释至 1 000 mL,混匀;

3.3.2.6 五氧化二磷标准溶液:5 g/L,称取 4.790 0 g 于 105 °C 干燥 2 h 的磷酸二氢钾于 50 mL 烧杯中,用水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.3.3 仪器

3.3.3.1 通常实验室用仪器;

3.3.3.2 恒温水浴振荡器,能控制温度 60 °C ± 2 °C 的往复式振荡器或回旋式振荡器;

3.3.3.3 流动分析仪,带磷通道和自动进样装置,五氧化二磷的检测下限 0.3 mg/L。

3.3.4 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

按相应的产品标准规定制备实验室样品。

3.3.4.1 水溶性磷的提取:称取五氧化二磷含量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g),置于 75 mL 的瓷蒸发器中,加 25 mL 水研磨,将清液倾注过滤于预先加入 5 mL 硝酸溶液的 250 mL 量瓶中。继续用水研磨三次,每次用 25 mL 水,然后将水不溶物转移到滤纸上,并用水洗涤水不溶物,待量瓶中溶液达 200 mL 左右为止。最后用水稀释至刻度,混匀。

3.3.4.2 有效磷的提取:称取五氧化二磷含量约 100 mg 的试样(称准至 0.000 2 g),置于滤纸上,用滤纸包裹试样,塞入 250 mL 量瓶中,加入 150 mL EDTA 溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使滤纸破碎、试样分散于溶液中,置于 60 °C ± 2 °C 的恒温水浴振荡器中,保温振荡 1 h(振荡频率以量瓶内试样能自由翻动即可)。然后取出量瓶,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初部分滤液。

3.3.4.3 空白溶液的制备:除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备。

3.3.5 分析步骤

3.3.5.1 工作曲线的绘制

吸取五氧化二磷标准溶液 0、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中,用相应的空白溶液稀释至刻度,混匀。此标准溶液的浓度分别为 0、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L、400 mg/L。

进行测定前,参照仪器使用说明书,选择最佳工作参数。

然后,将流动分析仪的溶液吸管分别置于十二烷基硫酸钠溶液、高氯酸溶液和钒钼酸铵试剂中,于波长 420 nm 处,待基线稳定后测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的五氧化二磷浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线或回归线性方程。

3.3.5.2 测定

在与测定标准溶液相同的条件下,测定试样溶液的吸光度,从工作曲线或线性方程求出相应的五氧化二磷浓度。

3.3.6 分析结果的表述

3.3.6.1 分析结果的计算

磷含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{c_4 \times V_4}{m_4 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c_4 ——试样溶液中五氧化二磷浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V_4 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m_4 ——试料的质量的数值,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值作为测定结果。

3.3.6.2 允许差

平行测定结果的允许差应符合表4要求。

表 4

五氧化二磷的质量分数(以 P_2O_5 计)/%	平行测定允许差值/%
<10.0	0.30
10.0~20.0	0.40
>20.0	0.50

3.4 钾含量的测定 流动分析法

3.4.1 原理

用水提取样品中的水溶性钾。采用空气片段连续流动分析技术,将试样溶液和氧化镧试剂在一个连续流动的系统均匀混合,用火焰光度法测定试样溶液中的钾离子。

3.4.2 试剂和材料

3.4.2.1 硝酸;

3.4.2.2 乳化剂溶液:50%,将50 mL 曲拉通 X-100 与50 mL 异丙醇混合均匀;

3.4.2.3 氧化镧试剂:称取0.8 g 氧化镧溶解于13.5 mL 硝酸中,小心加入500 mL 水,搅拌,再加入0.6 g 氯化锂,溶解后稀释至1 000 mL,再加入1 mL 乳化剂溶液,混匀;

3.4.2.4 氧化钾标准溶液:2.5 g/L,称取7.221 5 g 于105 ℃干燥2 h 的磷酸二氢钾于50 mL 烧杯中,用水溶解后移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.4.3 仪器

3.4.3.1 通常实验室用仪器;

3.4.3.2 电热板,功率为1.8 kW~2.4 kW;

3.4.3.3 流动分析仪,带钾通道和自动进样装置,钾的检测下限0.36 mg/L;

3.4.3.4 火焰光度计。

3.4.4 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

按相应的产品标准规定制备实验室样品。

3.4.4.1 水溶性钾的提取:称取一定量的试样(称准至0.000 2 g),置于250 mL 锥形瓶中,加约100 mL 水,加热煮沸15 min,冷却,定量转移到250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初部分滤液。

3.4.4.2 空白溶液的制备:除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备。

3.4.5 分析步骤

3.4.5.1 工作曲线的绘制

吸取氧化钾标准溶液 1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中,用空白溶液稀释至刻度,混匀。此标准溶液的浓度分别为 25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L。

进行测定前,参照仪器使用说明书,选择最佳工作参数。

然后,将流动分析仪的溶液吸管置于氧化钬试剂中,打开火焰光度计,待基线稳定后测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的氧化钾浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线或回归线性方程。

3.4.5.2 测定

在与测定标准溶液相同的条件下,将试样溶液不经稀释或根据钾含量将其稀释一定倍数后测定其吸光度,从工作曲线或线性方程求出相应的氧化钾浓度。

3.4.6 分析结果的表述

3.4.6.1 分析结果的计算

钾含量以氧化钾(K_2O)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{c_5 \times V_5 \times D}{m_5 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c_5 ——试样溶液中氧化钾浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V_5 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

m_5 ——试料的质量的数值,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值作为测定结果。

3.4.6.2 允许差

平行测定结果的允许差应符合表 5 要求。

表 5

钾的质量分数(以 K_2O 计)/%	平行测定允许差值/%
<10.0	0.30
10.0~20.0	0.40
>20.0	0.50



GB/T 22923-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-36766

定价: 14.00 元