

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2540—2014

肥料 钾含量的测定

Fertilizers—Determination of potassium content

2014-03-24 发布

2014-06-01 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）、福建省农产品质量安全检验检测中心。

本标准主要起草人：范洪黎、刘蜜、韩岩松、郑海峰、黄均明。

肥料 钾含量的测定

1 范围

本标准规定了肥料钾含量测定的重量法、火焰光度法、等离子体发射光谱法等试验方法。

本标准适用于固体或液体肥料中钾含量、总钾含量的测定。本标准也适用于土壤调理剂。

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 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 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。

4.1.1 硝酸。

4.1.2 高氯酸。

4.1.3 硫酸。

4.1.4 30%过氧化氢。

4.1.5 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

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

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 制备方法的选择

钾含量测定采用水、0.1 mol/L 硝酸溶液或 0.5 mol/L 盐酸溶液处理方法,总钾含量测定采用硝酸—高氯酸或硫酸—过氧化氢处理方法。

4.3.2 用水处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),固体试样置于 400 mL 烧杯中,加入 150 mL 水,加热煮沸 30 min,冷却后转移入 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。液体试样称于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

4.3.3 用 0.1 mol/L 硝酸溶液处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸溶液(4.1.5),摇动容量瓶使试料分散于溶液中,静置 20 min,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。

4.3.4 用 0.5 mol/L 盐酸溶液处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先调节至 28℃~30℃的盐酸溶液(4.1.6),塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散于溶液中,置于 28℃~30℃的恒温振荡器(4.2.2)中,振荡 30 min(振荡频率以容量瓶内试料能自由翻动即可),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,滤液待测。

4.3.5 用硝酸—高氯酸处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硝酸(4.1.1),放上小漏斗,在通风橱内缓慢加热至近干,稍冷,加入 2 mL~5 mL 高氯酸(4.1.2),缓慢加热至高氯酸冒白烟,直至溶液呈无色或浅色溶液。冷却至室温,将消煮液移入 250 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,滤液待测。

注:加入硝酸后可浸泡过夜后再加热,加入高氯酸后注意不能蒸干。

4.3.6 用硫酸—过氧化氢处理

称取试样 0.5 g~4 g(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL~10 mL 硫酸(4.1.3)和 3 mL~5 mL 过氧化氢(4.1.4),小心摇匀,放上小漏斗,缓慢加热至沸腾,继续加热保持 30 min。取下,若溶液未澄清,稍冷后,再加入 3 mL~5 mL 过氧化氢,加热至沸腾并保持 30 min,如此反复进行,直至溶液为无色或浅色清液。继续加热 10 min,冷却,将溶液转移入 250 mL 容量瓶中,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,滤液待测。

注:加入硫酸和过氧化氢后可浸泡过夜后再加热。

5 测定

5.1 重量法

5.1.1 原理

在弱碱性介质中,以四苯硼酸钠溶液沉淀试样溶液中的钾离子,用四苯硼酸钾重量法测定钾含量。为了防止阳离子干扰,可预先加入适量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA),使阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。

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 规定执行。

5.1.2.1 乙二胺四乙酸二钠溶液: $\rho(\text{EDTA})=40 \text{ g/L}$ 。

5.1.2.2 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=400 \text{ g/L}$ 。

5.1.2.3 氯化镁溶液: $\rho(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})=100 \text{ g/L}$ 。

5.1.2.4 四苯硼酸钠溶液: $\rho[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]=15 \text{ g/L}$ 。称取 15 g 四苯硼酸钠溶解于约 960 mL 水中,加入 4 mL 氢氧化钠溶液(5.1.2.2),搅拌均匀,再加入 20 mL 氯化镁溶液(5.1.2.3),搅拌 5 min,静置 24 h 后用滤纸过滤。溶液贮存在棕色瓶或聚乙烯瓶中,如发现混浊,使用前应过滤。

5.1.2.5 四苯硼酸钠洗涤液: $\rho[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]=1.5 \text{ g/L}$ 。用 9 体积水稀释 1 体积四苯硼酸钠溶液(5.1.2.4)。

5.1.2.6 酚酞溶液: $\rho(\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4)=5 \text{ g/L}$,溶解 0.5 g 酚酞于 100 mL 95%乙醇中。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 通常实验室仪器。

5.1.3.2 恒温干燥箱:温度可控制在 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

5.1.3.3 玻璃坩埚式滤器:4号(滤板孔径 $4\mu\text{m}\sim 7\mu\text{m}$),容积 30 mL。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试样溶液的测定

用单标线吸管吸取一定体积的试样溶液(含氧化钾约 40 mg),置于 300 mL 烧杯中,加 20 mL EDTA溶液(5.1.2.1)(含阳离子过多时可适量多加),加 2 滴~3 滴酚酞溶液(5.1.2.6),滴加氢氧化钠溶液(5.1.2.2)至红色出现时,再过量 1 mL,盖上表面皿,在通风橱内缓慢加热煮沸 15 min,取下烧杯,用少量水冲洗表面皿,冷却至室温。若红色消失,再用氢氧化钠溶液(5.1.2.2)调至红色。在不断搅拌下,于试样溶液中逐滴加入四苯硼酸钠溶液(5.1.2.4),1 mg 氧化钾加 0.5 mL 四苯硼酸钠溶液,并过量 7 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min~30 min。

用预先在 $(120\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器(5.1.3.3)抽滤,先将上层清液滤完,然后用四苯硼酸钠洗涤液(5.1.2.5)分 3 次~5 次将沉淀完全转移至滤器中,再用洗涤液洗涤滤器内沉淀 1 次~2 次,每次用量约 5 mL,所用洗涤液的总体积控制在 30 mL。最后用水洗涤 2 次,每次用量约 5 mL。将沉淀连同滤器置于 $(120\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内,待温度达到 120°C 后,干燥 1.5 h,取出,移入干燥器内,冷却至室温,称量。

注:坩埚清洗时,若沉淀不易洗去,可用丙酮溶液清洗。

5.1.4.2 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

5.1.4.3 分析结果的表述

钾(K_2O)含量以质量分数 ω 计,数值以百分率表示,按式(1)计算。

$$\omega = \frac{(m_1 - m_0)V_1 \times 0.1314}{mV_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 —— 试液所得四苯硼酸钾沉淀的质量,单位为克(g);
- m_0 —— 空白试验所得四苯硼酸钾沉淀的质量,单位为克(g);
- V_1 —— 试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- 0.1314 —— 四苯硼酸钾质量换算为氧化钾质量的系数;
- m —— 试料的质量,单位为克(g);
- V_2 —— 吸取的试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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。

5.1.4.4 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果的允许差值应符合表 1 要求。

表 1

钾(K_2O)的质量分数, %	$\omega \leq 10.00$	$10.00 < \omega \leq 20.00$	$20.00 < \omega \leq 30.00$	$\omega > 30.00$
平行测定结果的绝对差值, %	≤ 0.20	≤ 0.30	≤ 0.40	≤ 0.50
不同实验室测定结果的绝对差值, %	≤ 0.40	≤ 0.60	≤ 0.80	≤ 1.00

5.2 火焰光度法

5.2.1 原理

试样溶液在火焰的激发下,发射出钾元素的特征光谱,在一定浓度范围内,发射强度与溶液中钾的浓度成正比。在与标准曲线相同条件下,通过测定试样溶液中钾元素的发射强度,可求得钾浓度。

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 规定执行。

5.2.2.1 钾标准储备溶液： $\rho(K)=1\,000\,\mu\text{g/mL}$ 。

5.2.2.2 钾标准溶液： $\rho(K)=100\,\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取钾标准储备溶液(5.2.2.1)10.00 mL于100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。

5.2.2.3 液化石油气。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 火焰光度计。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标准曲线的绘制

分别准确吸取钾标准溶液(5.2.2.2)0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL于6个100 mL容量瓶中，加水定容，混匀。此标准系列溶液钾的质量浓度分别为0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.50 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 、15.00 $\mu\text{g/mL}$ 、20.00 $\mu\text{g/mL}$ 。在选定工作条件的火焰光度计上，分别以标准溶液的0点和浓度最高点调节仪器的零点和满度(一般为80)，然后由低浓度到高浓度分别测定各标准溶液的发射强度值。以标准系列溶液钾的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)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，测得钾的发射强度，在工作曲线上查出相应钾的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

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

钾(K_2O)含量以质量分数 ω 计，数值以百分率表示，按式(2)计算。

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0)DV_1 \times 1.205}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_1 ——由标准曲线查出的试样溶液钾的质量浓度，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钾的质量浓度，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)；

1.205 ——钾质量换算为氧化钾质量的系数；

m ——试料的质量，单位为克(g)；

10^6 ——将克换算成微克的系数，单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)。

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。

5.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于5%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于15%。

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：相对相差为两次测定结果绝对差值与其均值之比。

5.3 等离子体发射光谱法

5.3.1 原理

试样溶液中的钾在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,发射强度与钾原子浓度成正比。

5.3.2 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 规定执行。

5.3.2.1 钾标准溶液: $\rho(K)=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

5.3.2.2 高纯氩气:纯度 99.99% 以上。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 通常实验室仪器。

5.3.3.2 等离子体发射光谱仪。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 工作曲线的绘制

分别吸取钾标准溶液(5.3.2.1)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 6 个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列溶液钾的质量浓度分别为 $0\ \mu\text{g/mL}$ 、 $10.0\ \mu\text{g/mL}$ 、 $20.0\ \mu\text{g/mL}$ 、 $40.0\ \mu\text{g/mL}$ 、 $80.0\ \mu\text{g/mL}$ 、 $100.0\ \mu\text{g/mL}$ 。

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 766.491 nm 处测定各标准溶液的发射强度。以标准系列溶液钾的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)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。

5.3.4.2 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,在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钾的发射强度,在工作曲线上查出相应钾的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.3.4.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

5.3.5 分析结果的表述

按 5.2.5 的规定执行。

5.3.6 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 15%。

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:相对相差为两次测定结果绝对差值与其均值之比。

6 质量浓度的换算

液体试样钾(K_2O)含量以质量浓度 $\rho(K_2O)$ 计,单位为克每升(g/L)表示,按式(3)计算。

$$\rho(K_2O)=1\,000\omega\rho \dots\dots\dots (3)$$

式中:

1 000 ——将克每毫升换算为克每升的系数,单位为毫升每升(mL/L);

ω ——试样中钾(K_2O)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一位。

液体试样密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。