

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3425—2019

水溶肥料 总铬、三价铬和六价铬 含量的测定

Water-soluble fertilizers—Determination of total Chromium and chromium(Ⅲ)
and chromium(Ⅵ) contents

2019-01-17 发布

2019-09-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

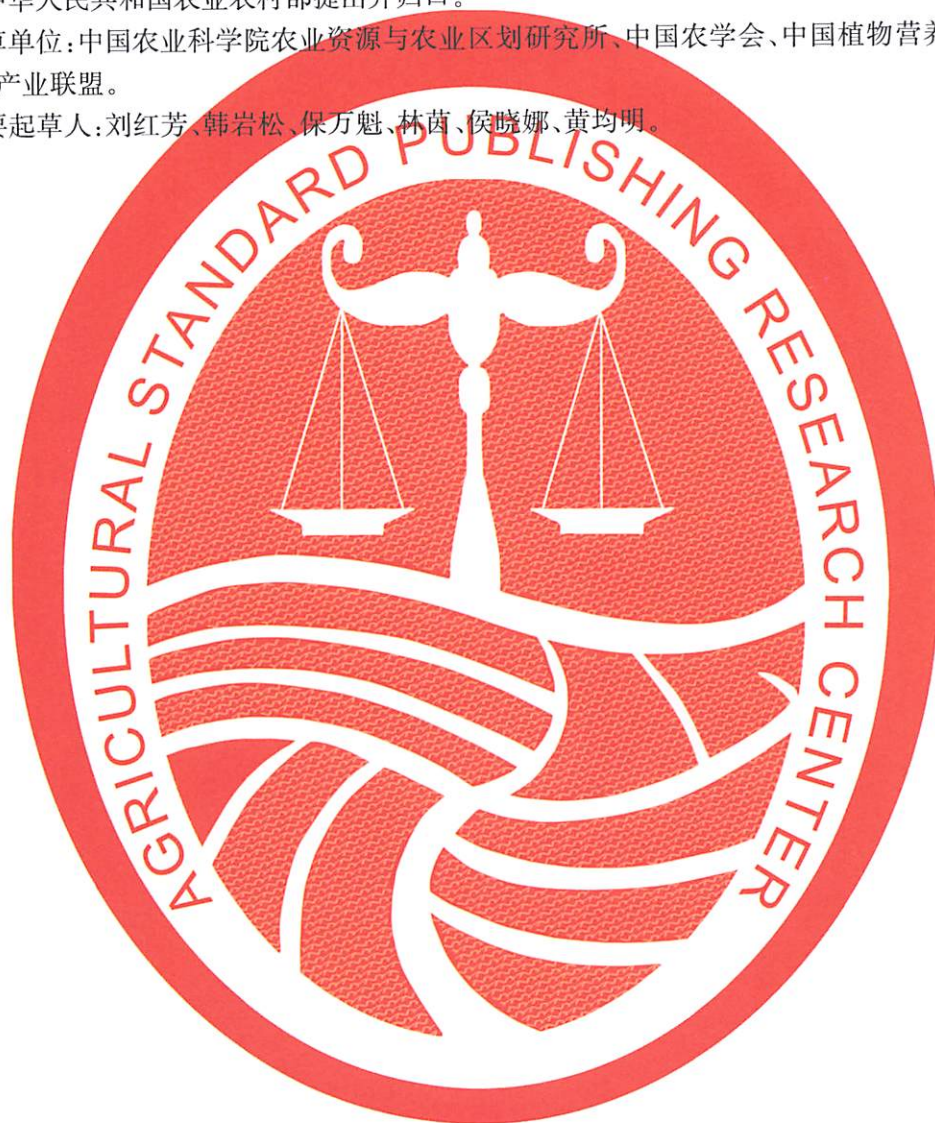
前 言

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农村部提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、中国农学会、中国植物营养与肥料学会、土壤肥料产业联盟。

本标准主要起草人：刘红芳、韩岩松、保万魁、林茵、侯晓娜、黄均明。



水溶肥料 总铬、三价铬和六价铬含量的测定

1 范围

本标准规定了水溶肥料中水溶态总铬、三价铬和六价铬测定的原子吸收光谱法和差减法试验方法。本标准适用于水溶肥料中水溶态总铬、三价铬和六价铬含量的测定。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

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

3 原理

利用三价铬和六价铬在水溶液中荷电性不同,采用离子交换法分离试样中六价铬和三价铬,原子吸收光谱法于波长 357.9 nm 检测总铬和三价铬,差减法测得六价铬。加焦硫酸钾作抑制剂,可消除试样溶液中钼、铅、铝、铁、镍和镁离子对铬测定的干扰。

4 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,水符合 GB/T 6682 中试验用水要求。

4.1 甲醇:优级纯。

4.2 焦硫酸钾溶液: $\rho(\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7)=100\text{ g/L}$ 。称取 100 g 焦硫酸钾,用去离子水溶解并定容至 1 000 mL。

4.3 铬标准储备液: $\rho(\text{Cr}^{6+})=1\text{ mg/mL}$ 。购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

4.4 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr}^{6+})=50\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准储备液(4.3)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

4.5 乙炔。

5 仪器和设备

5.1 通常实验室仪器。

5.2 原子吸收分光光度计,附有空气-乙炔燃烧器及铬空心阴极灯。

5.3 恒温振荡器:温度可控制在 $(25\pm 5)^\circ\text{C}$,往复振荡频率可控制在 $(180\pm 20)\text{ r/min}$ 。

6 分析步骤

6.1 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 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经摇动均匀后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

6.2 试样溶液的制备

6.2.1 水溶态总铬溶液的制备

6.2.1.1 固体试样:称取 1 g~5 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 50 mL 容量瓶中,加约 40 mL 水,置于 (25±5)℃ 振荡器内,在 (180±20) r/min 频率下振荡 30 min。取出,加入焦硫酸钾溶液 5 mL(4.2),用水定容并摇匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

6.2.1.2 液体试样:称取 1 g~5 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 50 mL 容量瓶中,加入焦硫酸钾溶液 5 mL(4.2),用水定容并摇匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

6.2.2 水溶态三价铬溶液的制备

取适量 6.2.1 过滤液,缓慢通过阴离子交换树脂柱,收集滤液,待测。

注:离子交换树脂柱参考条件:平均粒度为 50 μm,平均孔径 50.00 Å~250.00 Å,浊度≤7.0,可洗残渣≤7.0 mg/g,或相当者。离子交换树脂柱预处理采用 3 mL 甲醇(4.1)、3 mL 水以 1.0 mL/min 流速各冲洗一次。

6.3 标准曲线的绘制

分别吸取铬标准溶液(4.4)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 焦硫酸钾溶液(4.2),用水定容,混匀。该标准系列溶液质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,使用富燃性空气-乙炔火焰,以铬含量为 0 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液铬的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准系列溶液的质量浓度。

6.4 试样溶液的测定

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定,在标准曲线上查出相应的质量浓度(μg/mL)。

6.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

6.6 分析结果的表述

6.6.1 水溶态总铬和三价铬含量分别以质量分数 ω_1 和 ω_2 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算。

$$\omega_i = \frac{(p - p_0)VD}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_i ——水溶态总铬或水溶态三价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

p ——由工作曲线查出的试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

p_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

m ——试料的质量,单位为克(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 1 位。

6.6.2 水溶态六价铬含量以质量分数 ω_3 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算。

$$\omega_3 = \omega_1 - \omega_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_1 ——水溶态总铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ω_2 ——水溶态三价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

7 允许差

水溶态总铬和三价铬平行测定结果以及不同实验室测定结果的允许差应符合表 1 的要求。

表 1

铬的质量分数(ω), mg/kg	平行测定结果的相对相差, %	不同实验室测定结果的相对相差, %
$5.0 \leq \omega < 10.0$	≤ 50	≤ 80
$10.0 \leq \omega < 20.0$	≤ 30	
$\omega \geq 20.0$	≤ 10	≤ 50
注 1: 相对相差为 2 次测量值相差与 2 次测量值均值之比。		
注 2: 铬质量分数小于 5.0 mg/kg 不计平行及不同实验室允许差。		

中 华 人 民 共 和 国
农 业 行 业 标 准
水溶肥料 总铬、三价铬和六价铬含量的测定
NY/T 3425—2019

* * *

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)

北 京 印 刷 一 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 0.5 字数 10 千字
2019 年 5 月第 1 版 2019 年 5 月北京第 1 次印刷
书号: 16109·4781
定价: 12.00 元



NY/T 3425—2019

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 59194261