

肥料和土壤调理剂 国家标准汇编

下册

全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会 编
中国标准出版社第二编辑室



 中国标准出版社

肥料和土壤调理剂 国家标准汇编

下 册

全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会 编
中国标准出版社第二编辑室

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

肥料和土壤调理剂国家标准汇编. 下册/全国肥料
和土壤调理剂标准化技术委员会, 中国标准出版社第
二编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 2010

ISBN 978-7-5066-5851-5

I. ①肥… II. ①全… ②中… III. ①化学肥料-国
家标准-汇编-中国 IV. ①S143-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 117849 号

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 25.75 字数 759 千字

2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

定价 135.00 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

出版说明

本版《肥料和土壤调理剂国家标准汇编》分为上、下两册。上册包括肥料基础标准与通用方法、氮磷钾肥、复合和复混肥料等国家标准,下册包括有机及新型肥料、磷矿石以及与肥料相关国家标准,共收录截至2010年12月底发布的有关国家标准120项。本册为下册,收录国家标准47项。

本汇编收集标准的属性已在目录上标明,年代号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编中的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位以及技术术语存在不尽相同的地方。在本次汇编时,没有对其作出修改,而只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处作了更正。

由于编者的时间和水平有限,书中不当之处,请读者批评指正。

编 者

2010年12月

目 录

下 册

七、有机肥料及新型肥料

GB/T 17419—1998	含氨基酸叶面肥料	3
GB/T 17420—1998	微量元素叶面肥料	21
GB/T 19524.1—2004	肥料中粪大肠菌群的测定	39
GB/T 19524.2—2004	肥料中蛔虫卵死亡率的测定	45
GB/T 23348—2009	缓释肥料	49

八、磷 矿 石

GB/T 1868—1995	磷矿石和磷精矿 采样与样品制备方法	63
GB/T 1870—1995	磷矿石和磷精矿中水分的测定 重量法	67
GB/T 1871.1—1995	磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法	70
GB/T 1871.2—1995	磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法	76
GB/T 1871.3—1995	磷矿石和磷精矿中氧化铝含量的测定 容量法和分光光度法	83
GB/T 1871.4—1995	磷矿石和磷精矿中氧化钙含量的测定 容量法	90
GB/T 1871.5—1995	磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法	96
GB/T 1872—1995	磷矿石和磷精矿中氟含量的测定 离子选择性电极法	102
GB/T 1873—1995	磷矿石和磷精矿中二氧化硅含量的测定 重量法和容量法	105
GB/T 1874—1995	磷矿石和磷精矿中酸不溶物含量的测定 重量法	110
GB/T 1875—1995	磷矿石和磷精矿中灼烧失量的测定 重量法	113
GB/T 1876—1995	磷矿石和磷精矿中二氧化碳含量的测定 气量法	115
GB/T 1877—1995	磷矿石和磷精矿中氧化锰含量的测定 分光光度法和容量法	121
GB/T 1878—1995	磷矿石和磷精矿中碘含量的测定 分光光度法和离子选择性电极法	126
GB/T 1879—1995	磷矿石和磷精矿中氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法	132
GB/T 1880—1995	磷矿石和磷精矿中三氧化硫含量的测定 重量法	136
GB/T 1881—1995	磷矿石和磷精矿中氧化铈含量的测定 火焰原子吸收光谱法	140
GB/T 13551—1995	磷矿石和磷精矿中氧化镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法	144

九、与肥料相关的标准

GB 8921—1988	磷肥放射性镭-226 限量卫生标准	151
GB 9968—2008	硝酸稀土植物生长调节剂	157
GB/T 12687.2—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 汞量法测定氯含量	162
GB/T 12687.3—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 发生氢化物火焰原子吸收光谱法 测定砷含量	165
GB/T 12687.4—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定汞含量	171

GB/T 12687.6—1990	农用硝酸稀土化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定铅、镉含量	174
GB/T 12687.8—1990	农用硝酸稀土化学分析方法	重量法测定水不溶物含量	178
GB 15580—1995	磷肥工业水污染物排放标准		180

十、引用标准

GB 190—2009	危险货物包装标志	189
GB/T 191—2008	包装储运图示标志	207
GB/T 601—2002	化学试剂 标准滴定溶液的制备	215
GB/T 602—2002	化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备	243
GB/T 603—2002	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备	257
GB/T 611—2006	化学试剂 密度测定通用方法	273
GB/T 3723—1999	工业用化学产品采样安全通则	279
GB/T 6003.1—1997	金属丝编织网试验筛	287
GB/T 6003.2—1997	金属穿孔板试验筛	296
GB/T 6003.3—1999	电成型薄板试验筛	304
GB/T 6283—2008	化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)	313
GB/T 6678—2003	化工产品采样总则	329
GB/T 6679—2003	固体化工产品采样通则	347
GB/T 6682—2008	分析实验室用水规格和试验方法	367
GB/T 8170—2008	数值修约规则与极限数值的表示和判定	377
GB/T 20001.4—2001	标准编写规则 第4部分:化学分析方法	387



七、有机肥料及新型肥料



前 言

本标准是根据我国含氨基酸叶面肥料生产应用的情况而制定的,从而为我国含氨基酸叶面肥料提供了统一的技术依据。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本标准由华中农业大学、中国农业科学院土壤肥料研究所和农业部全国农业技术推广服务中心负责起草。

本标准主要起草人:吴礼树、赵竹青、王敏、邢文英、钱侯音、王运华。

本标准是首次发布。

中华人民共和国国家标准

含氨基酸叶面肥料

GB/T 17419—1998

Foliar fertilizer with amino acid

1 范围

本标准规定了含氨基酸叶面肥料的要求、试验方法、检验规则及包装、标志、贮存、运输。
本标准适用于含有氨基酸和微量元素的叶面肥料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 437—93 硫酸铜
- GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3049—86 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
- GB 3796—83 农药包装通则
- GB/T 6678—86 化工产品采样总则
- GB/T 6680—86 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB 8569—1997 固体化学肥料包装
- GB/T 9738—88 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB/T 14539.1—93 复混肥料中砷、镉、铅的测定 试样溶液制备
- GB/T 14539.2—93 复混肥料中砷的测定方法
- GB/T 14539.3—93 复混肥料中镉的测定方法
- GB/T 14539.4—93 复混肥料中铅的测定方法
- GB/T 14540.1—93 复混肥料中钼的测定方法 硫氰酸钠分光光度法
- GB/T 14540.2—93 复混肥料中硼的测定方法 甲亚胺-H 酸分光光度法
- GB/T 14540.3—93 复混肥料中锰的测定方法
- GB/T 14540.4—93 复混肥料中锌的测定方法
- GB/T 14965—94 食物中氨基酸的测定方法

3 要求

含氨基酸叶面肥料技术要求应符合表 1。

表 1 含氨基酸叶面肥料的技术要求

项 目		指 标	
		发酵	化学水解
氨基酸含量, %	≥	8.0	10.0
微量元素(Fe,Mn,Cu,Zu,Mo,B)总量(以元素计), %	≥	2.0	
水不溶物, %	≤	5.0	
pH 值		3.5~8.0	
有 害 元 素	砷(As)(以元素计), %	≤	0.002
	镉(Cd)(以元素计), %	≤	0.002
	铅(Pb)(以元素计), %	≤	0.01
注			
1 氨基酸分为微生物发酵及化学水解两种,产品的类型按生产工艺流程划分。			
2 微量元素钼、硼、锰、锌、铜、铁六种元素中的两种或两种以上元素之和,含量小于 0.2%的不计。			

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水;所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液;所有滴定分析用标准溶液按 GB/T 601 配制和标定;所有杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 配制;所有试验方法中所用制剂和制品按 GB/T 603 配制。

4.1 氨基酸含量的测定 氨基酸自动分析仪法

本方法采用 GB/T 14965 的规定。

4.1.1 原理

试样用碘基水杨酸沉淀蛋白质后,用 EDTA 络合金属元素释放氨基酸,各种氨基酸经分离后分别与茚三酮显色,在 pH2.2 条件下用氨基酸自动分析仪测定各种氨基酸含量,各种氨基酸的总和,即为氨基酸叶面肥料氨基酸的含量。

4.1.2 试剂

- 4.1.2.1 混合氨基酸标准液(仪器制造公司出售),0.00250 mol/L。
- 4.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠溶液(EDTA)溶液:1%溶液,称 1gEDTA 溶于 100 mL 水中。
- 4.1.2.3 碘基水杨酸溶液:称取 5 g 碘基水杨酸溶于 100 mL 水中。
- 4.1.2.4 盐酸。
- 4.1.2.5 盐酸溶液:0.06 mol/L。
- 4.1.2.6 氢氧化钠溶液:称取 50 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。
- 4.1.2.7 pH 2.2 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 16.5 mL 盐酸(4.1.2.4)加水稀释到 1000 mL,用盐酸(4.1.2.4)和氢氧化钠溶液(4.1.2.6)调节 pH 至 2.2。
- 4.1.2.8 pH 3.3 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠和 9 mL 盐酸(4.1.2.4)加水稀释至 1000 mL,用盐酸(4.1.2.4)和氢氧化钠溶液(4.1.2.6)调节 pH 至 3.3。
- 4.1.2.9 pH 4.0 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠和 9 mL 盐酸(4.1.2.4)加水稀释至 1000 mL,用盐酸(4.1.2.4)和氢氧化钠溶液(4.1.2.6)调节 pH 至 4.0。
- 4.1.2.10 pH 6.4 的柠檬酸钠缓冲液:称取 19.6 g 柠檬酸钠和 46.8 g 氯化钠(优级纯)加水稀释到 1000 mL,用盐酸(4.1.2.4)和氢氧化钠溶液(4.1.2.6)调节 pH 至 6.4。
- 4.1.2.11 茚三酮溶液:
 - a) pH 5.2 的乙酸锂溶液:称取氢氧化锂($\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)168 g,加入冰乙酸(优级纯)279 mL,加水稀

释到 1000 mL,用盐酸(4.1.2.4)和氢氧化钠溶液(4.1.2.6)调节 pH 到 5.2;

b) 茚三酮溶液:称 150 mL 二甲基亚砷(C_2H_6OS)和乙酸锂溶液 a) 50 mL 加 4 g 水合茚三酮($C_9H_4O_3 \cdot H_2O$)和 0.12 g 还原茚三酮($C_{18}H_{10}O_6 \cdot 2H_2O$)搅拌至完全溶解。

4.1.3 仪器和设备

常用实验室仪器、设备和

a) 氨基酸自动分析仪;

b 离心机:3500~4000 r/min。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试样溶液的制备

称取试样 1~5 g,精确到 0.001 g,置于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,用移液管取上层清液 2 mL 于 10 mL 离心管中,加入 5% 磺基水杨酸溶液(4.1.2.3)2 mL,混匀,放置 1 h,使蛋白质沉淀。再加入 EDTA 溶液(4.1.2.2)1 mL 和盐酸溶液(4.1.2.5)1 mL,用离心机离心 15 min,用移液管取上清液 1 mL 于 5 mL 的容量瓶中,蒸干,用 1 mL 的 pH2.2 的缓冲液(4.1.2.7)溶解,供仪器测定用。

4.1.4.2 试样空白溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,用相同试剂溶液,按 4.1.4.1 规定的步骤进行。

4.1.4.3 测定

准确吸取 0.200 mL 混合氨基酸标准液(4.1.2.1),用 pH2.2 的柠檬酸钠缓冲液(4.1.2.7)稀释至 5 mL,此标准稀释液浓度为 5.00 nmol/50 μ L,作为上机测定用的氨基酸标准,用氨基酸自动分析仪以外标法测定试样溶液氨基酸含量。

4.1.4.4 分析结果的表述

氨基酸的含量 X ,以质量百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X = \sum_{i=1}^n \frac{c_i \times 1/50 \times F \times V \times M_i}{m \times 10^9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X ——样品氨基酸含量,g/100 g;

c_i ——试样中第 i 种氨基酸含量,nmol/50 μ L;

F ——样品稀释倍数;

V ——水解后样品定容体积,mL;

M_i ——第 i 种氨基酸分子量;

m ——样品质量,g;

n ——氨基酸数量;

1/50——折算成每毫升样品测定液的氨基酸含量,nmol/mL;

10^9 ——将样品含量由 ng 折算成 g 的系数。

4.1.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%。

4.2 钼的测定 硫氰酸钠分光光度法

本方法采用 GB/T 14540.1 的规定。

4.2.1 原理

试样经水提取后,在酸性介质中,用氯化亚锡将试样中的六价钼还原成五价钼,五价钼与硫氰酸根离子反应生成橙红色配合物,在波长 460 nm 处测定其吸光度。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 盐酸。

4.2.2.2 盐酸:1+1 溶液。

4.2.2.3 盐酸:1+5 溶液。

4.2.2.4 硫酸:1+1 溶液。

4.2.2.5 高氯酸。

4.2.2.6 氢氧化钠。

4.2.2.7 硫酸铁溶液:50 g/L。称取 5 g 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$,溶于适量水和约 10 mL 硫酸(4.2.2.4)中,加热溶解后,用水稀释至 100 mL,摇匀。

4.2.2.8 氯化亚锡溶液:100 g/L。称取 100 g 氯化亚锡 $(\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O})$ 于盛有 400 mL 盐酸溶液(4.2.2.2)的烧杯中,加热溶解后,转移到 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度再加少量锡粒,置于棕色瓶中保存。

4.2.2.9 硫氰酸钠:100 g/L 溶液。

4.2.2.10 钼标准储备溶液:1 mL 溶液含有 1 mg 钼。称取 0.1500 g 三氧化钼 (MoO_3) 高纯试剂,使用前至少在硫酸干燥器中干燥 24 h 以上,精确至 0.0001 g,用少量水润湿后,加入 0.5 g 氢氧化钠(4.2.2.6)使其溶解,然后转移到 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,置于棕色瓶中保存。

4.2.2.11 钼标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg 钼。用移液管取 10 mL 钼标准储备溶液(4.2.2.10)于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。使用时配制。

4.2.3 仪器和设备

常用实验室仪器、设备和

a) 分光光度计:带有 1 cm 吸收池;

b) 振荡器:35~40 r/min 上下旋转式振荡器,或其他相同效果水平往复式振荡器。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试样溶液的制备

称取试样 1~5 g(预计试样中含钼 0.1~0.75 mg),精确到 0.001 g,置于 250 mL 容量瓶中,加水约 200 mL,在振荡器上振荡 0.5 h,使之溶解,加水至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液。此溶液为测定钼的试样溶液。

4.2.4.2 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,用相同试剂溶液,按 4.2.4.1 规定的步骤进行。

4.2.4.3 标准溶液系列制备及标准曲线绘制

用移液管依次移取钼标准溶液(4.2.2.11)0.0,0.5,1.0,1.5,2.0,2.5,10.0 mL 分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加入 5 mL 硫酸(4.2.2.4),5 mL 高氯酸(4.2.1.5)及 2 mL 硫酸铁(4.2.2.7),摇匀,然后边摇边缓慢地加入 16 mL 硫氰酸钠(4.2.2.9)溶液,10 mL 氯化亚锡(4.2.2.8)溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 1 h,用 1 cm 吸收池,于波长 460 nm 处,以零标准溶液为参比溶液,在分光光度计上,依次测量标准溶液的吸光度。

以 100 mL 标准溶液中钼质量(μg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.2.4.4 试样溶液的测定

用移液管吸取试样溶液(4.2.4.1)10.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,接着按 4.2.4.3 中“用水稀释至约 50 mL,……”以下操作进行。

按照上述步骤,同时进行空白试验。

注:如溶液浑浊(浑浊由硫氰酸亚铜引起),可放置 1 h,用离心机离心使之澄清,取上层清液测量吸光度。

4.2.5 分析结果的表述

钼(Mo)的含量 X_1 ,以质量百分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{mV_1/V} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2)V \times 10^{-4}}{mV_1} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——根据试样溶液所测吸光度,从标准曲线上查得的钼质量, μg ;

m_2 ——根据空白溶液所测吸光度,从标准曲线上查得的钼质量, μg ;

m ——称取试样质量,g;
 V ——试验溶液的总体积,mL;
 V_1 ——测定时所取试验溶液的体积,mL。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定的绝对差值应符合表 2 的要求。

表 2

钼含量,%	0.200~0.600	>0.06
绝对差值,% ≤	0.04	0.08

4.3 硼含量测定 甲亚胺-H 酸分光光度法

本方法采用 GB/T 14540.2 的规定。

4.3.1 原理

试样经沸水提取,用 EDTA 掩蔽铁、铝、铜等干扰离子,当 pH 为 5 时,样品溶液中的硼离子与甲亚胺-H 酸生成黄色配合物,在波长 415 nm 处测量吸光度。

4.3.2 试剂和溶液

- 4.3.2.1 氢氧化钠:100 g/L 溶液。
- 4.3.2.2 氢氧化钠:20 g/L 溶液。
- 4.3.2.3 水杨醛。
- 4.3.2.4 无水乙醇。
- 4.3.2.5 硼酸:优级纯试剂。
- 4.3.2.6 盐酸:1+1 溶液。
- 4.3.2.7 盐酸:1+10 溶液。
- 4.3.2.8 硫酸:1+1 溶液。
- 4.3.2.9 乙酸铵缓冲溶液:pH=5.2。称取 250 g 乙酸铵,用水溶解,并稀释至 500 mL,在酸度计上用硫酸溶液(4.3.2.8),调节 pH 到 5.2。
- 4.3.2.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:37.3 g/L。
- 4.3.2.11 抗坏血酸。
- 4.3.2.12 甲亚胺-H 酸:称取 18 g 甲亚胺-H 酸钠盐(1-氨基-8-萘酚-3,6-二磺酸钠盐)溶于 100 mL 水中,稍加热,使其完全溶解,必要时可过滤分离不溶物,在酸度计上,边搅拌边用氢氧化钠溶液(4.3.2.1)调节 pH 到 7.0,然后滴加盐酸溶液(4.3.2.6),调节 pH 至 1.5,加热到 60℃,边激烈搅拌边徐徐加入水杨醛(4.3.2.3)20 mL,继续保温搅拌 1 h,取出置于冷暗处,静置至少 24 h 以上,用大号布氏漏斗抽滤,收集橙红色沉淀,用无水乙醇(4.3.2.4)洗涤沉淀 5~6 次,然后将沉淀置于 100℃干燥箱内,干燥 3 h,取出冷却后用玛瑙研钵研细,放在塑料器皿中,置于干燥箱内保存。
- 4.3.2.13 显色剂溶液:称取甲亚胺-H 酸(4.3.2.12)0.6 g 和抗坏血酸(4.3.2.11)2 g 于 100 mL 聚乙烯烧杯中,加水 30 mL,加热到 35~40℃使其溶解,冷却后转移到 100 mL 石英容量瓶中,加水至刻度,混匀,用时现配。
- 4.3.2.14 硼标准储备溶液:1 mL 溶液含有 1 mg 硼。称取预先在浓硫酸干燥器内至少干燥 24 h 的硼酸(4.3.2.5)5.720 g,精确至 0.001 g,置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加水使之溶解,定量转移到 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于聚乙烯瓶中。
- 4.3.2.15 硼标准溶液:1 mL 溶液含有 20 μg 硼。准确吸取硼标准储备溶液(4.3.2.14)2 mL 于 100 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,贮于聚乙烯瓶中,用时现配。

4.3.3 仪器和设备

常用实验室仪器、设备和

- a) 酸度计:带有玻璃电极和甘汞电极;
- b) 分光光度计:带有 1 cm 吸收池;
- c) 布氏漏斗;
- d) 石英容量瓶:100 mL。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试样溶液制备

称取 1~5 g 试样(预计试样中含硼量在 5~50 mg),精确到 0.001 g,置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加水 150 mL,盖上表面皿,煮沸 15 min,取下,冷却至室温,转移到 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后保留滤液,作为测定硼的试样溶液。

4.3.4.2 空白溶液制备

空白试验溶液除不加试样外,用相同试剂溶液,按 4.3.4.1 规定的步骤进行。

4.3.4.3 标准溶液系列制备及标准曲线绘制

用移液管依次吸取硼标准溶液(4.3.2.15)0.0,1.0,2.0,4.0,6.0,8.0,10.0 mL,分别置于 7 个 100 mL 聚乙烯烧杯中,加入 25 mL EDTA 溶液(4.3.2.10),在酸度计上,用氢氧化钠溶液(4.3.2.2)或盐酸溶液(4.3.2.7),调节 pH 至 5.0,加入 10 mL 乙酸铵缓冲溶液(4.3.2.9)和 10.0 mL 显色剂溶液(4.3.2.13),转移入 100 mL 石英容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,于室温下避光放置 3 h,接着用 1 cm 吸收池,于波长 415 nm 处,以标准系列的零溶液为参比溶液,在分光光度计上依次测量标准溶液系列的吸光度(显色溶液在暗处放置 3 h 后,还可稳定 2 h,测定应在此期间完成)。

以硼标准溶液中硼质量(μg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.3.4.4 试样溶液测定

吸取试样溶液(4.3.4.1)1.00~10.00 mL(预计试样溶液中含硼 20~200 μg),置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,接着按 4.3.4.3 中“加入 25 mL EDTA 溶液……”以下操作进行。

按照上述步骤同时进行空白试验。

4.3.5 分析结果的表述

硼(B)的含量 X_2 ,以质量百分数(%)表示,按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{mV/250} \times 100 = \frac{0.025(m_1 - m_2)}{mV} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——根据试验溶液所测吸光度,从标准曲线上查得的硼质量, μg ;

m_2 ——根据空白试验溶液所测吸光度,从标准曲线上查得的硼质量, μg ;

m ——称取试样质量,g;

V ——测定时所取试样溶液的体积,mL。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定的绝对差值应符合表 3 要求。

表 3

硼含量,%	0.200~0.500	>0.500~1.00	>1.00~3.00	>3.00~5.00	>5.00
绝对差值,% ≤	0.025	0.050	0.100	0.20	0.30

4.4 锌的测定

本方法采用 GB/T 14540.4 的规定。

4.4.1 原子吸收光谱法(仲裁法)

4.4.1.1 原理

试样溶液中的锌在微酸性介质中,在空气-乙炔火焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从锌空心阴极灯射出的特征波长 213.9 nm 的光,吸光度大小与火焰中锌的基态原子浓度成正比。

4.4.1.2 试剂和溶液

4.4.1.2.1 盐酸。

4.4.1.2.2 盐酸:1+1 溶液。

4.4.1.2.3 硫酸。

4.4.1.2.4 释放剂溶液:称取 60.9 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶解于 300 mL 水和 420 mL 盐酸中,用水稀释到 1000 mL。

4.4.1.2.5 锌标准溶液:0.1 mg Zn/mL。称取 0.1250 g 氧化锌(ZnO ,基准试剂),精确至 0.0001 g,溶于 100 mL 水及 1 mL 硫酸中,转移至 1000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,贮于聚乙烯瓶中,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锌。

4.4.1.3 仪器和设备

常用实验室仪器、设备和

a) 原子吸收分光光度计:附有空气-乙炔燃烧器,及锌空心阴极灯。

b) 振荡器:35~40 r/min 上下旋转式振荡器,或其他相同效果的水平往复振荡器。

4.4.1.4 分析步骤

4.4.1.4.1 试样溶液制备

称取试样 1~5 g(预计试样中锌含量均不大于 200 mg),精确至 0.001 g,于 500 mL 容量瓶中,加水约 350 mL,在振荡器上充分振荡 30 min,加水至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,保留滤液,用作锌的测定。

4.4.1.4.2 空白溶液制备

空白试验溶液除不加试样外,用相同试剂溶液,按 4.4.1.4.1 规定的步骤进行。

4.4.1.4.3 标准溶液系列配制及标准曲线绘制

准确吸取锌标准溶液(4.4.1.2.5)0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL,分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中,每个容量瓶中的锌的质量分别为 0,100,200,400,600,800,1000 μg ,分别加入 2 mL 盐酸(4.4.1.2.2)和 10 mL 释放剂溶液(4.4.1.2.4),用水稀释至刻度,混匀。在进行测定前,根据待测元素性质,对测定所用空心阴极灯类别、光谱带宽、灯电流、燃烧器高度、空气-乙炔流量比进行最佳条件选择,然后以零标准溶液为参比,在原子吸收分光光度计上,于波长 213.9 nm 处测量标准系列溶液锌的吸光度。以标准溶液中锌的质量(μg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.4.1.4.4 试样溶液的测定

吸取试样溶液(4.4.1.4.1)1.00~10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(4.4.1.2.2)及 10 mL 释放剂溶液(4.4.1.2.2),用水定容,在原子吸收分光光度计上以零标准溶液为参比,于波长 213.9 nm 处测定试样溶液中锌的吸光度。

按照上述步骤同时进行空白试验。

4.4.1.5 分析结果的表述

锌(Zn)的含量 X_3 ,以质量百分数(%)表示,按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_0}{mV/500} \times 10^{-6} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{mV} \times 0.05 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——从锌标准曲线上查到的试样溶液锌的质量, μg ;

m_0 ——从锌标准曲线上查到的空白溶液锌的质量, μg ;

m ——称取样品的质量,g;

V ——测定时所取试样溶液体积,mL。

4.4.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值应符合表 4 要求。

表 4

锌含量, %	0.200~0.500	>0.500~1.00	>1.00~3.00	>3.00~5.00	>5.00
绝对差值, % ≤	0.030	0.060	0.120	0.200	0.300

4.4.2 双硫脲分光光度法

4.4.2.1 原理

试样经水提取后,在微酸性溶液中,锌与双硫脲反应生成酮式配合物,用四氯化碳萃取,所得溶液呈紫红色,在波长 530 nm 处,测量其吸光度。

4.4.2.2 试剂和溶液

4.4.2.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2.2 盐酸:1+10 溶液。

4.4.2.2.3 氨水:1+800 溶液。

4.4.2.2.4 四氯化碳。

4.4.2.2.5 双硫脲 $[\text{CS}(\text{NH})_2\text{N}_2(\text{C}_6\text{H}_5)_2]$ 。

4.4.2.2.6 三水乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。

4.4.2.2.7 冰乙酸。

4.4.2.2.8 氧化锌:基准试剂。

4.4.2.2.9 硫代硫酸钠溶液:250 g/L。

4.4.2.2.10 双硫脲四氯化碳溶液:称取 50 mg 双硫脲(4.4.2.2.5)于 125 mL 分液漏斗中,加入四氯化碳(4.4.2.2.4)约 100 mL,充分混匀,干过滤,滤液收集于 500 mL 分液漏斗中,加入氨水(4.4.2.2.3)约 400 mL,激烈摇动片刻后,静置,弃去四氯化碳相,再加入约 20 mL 四氯化碳(4.4.2.2.4)激烈摇动片刻后,静置分层,弃去四氯化碳相。重复此操作两次后,往水相中加入 100 mL 四氯化碳(4.4.2.2.4)和 9 mL 盐酸溶液(4.4.2.2.1),激烈摇动数分钟后,静置分层,弃去水相溶液,再用 400 mL 四氯化碳(4.4.2.2.4)稀释四氯化碳相。所得溶液置于棕色瓶中,贮藏于冷暗处。

4.4.2.2.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: $\text{pH}=4.7$ 。称取 136 g 三水乙酸钠(4.4.2.2.6),溶于 300 mL 水中,加入 57 mL 冰乙酸(4.4.2.2.7),用水稀释至 1000 mL。用少量双硫脲四氯化碳溶液(4.4.2.2.10)萃取除去杂质后,干过滤,保留滤液备用。

4.4.2.2.12 锌标准储备溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg 锌。配制方法同 4.4.1.2.5。

4.4.2.2.13 锌标准溶液:1 mL 溶液含有 1 μg 锌。准确吸取锌标准储备溶液(4.4.2.2.12)10 mL 于 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用时现配。

4.4.2.3 仪器和设备

常用实验仪器、设备和

a) 分光光度计:带有 1 cm 吸收池;

b) 振荡器:35~40 r/min 上下旋转式振荡器,或其他相同效果的水平往复式振荡器。

4.4.2.4 分析步骤

4.4.2.4.1 试样溶液制备

准确称取 1~5 g 试样(预计试样中含锌量在 30~50 mg),精确至 0.001 g,置于 500 mL 容量瓶中,加入约 350 mL 的水,在振荡器上充分振荡 0.5 h,加水至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后保留滤液,作为测定锌的试液。

注

1 如试验溶液中含有乙二胺四乙酸钠盐对测定有影响时,则要预先准确地取一定量滤液,用少量的硫酸和硝酸分解,然后用氢氧化钠中和,供测定用。

2 如试验溶液中含有亚硝酸盐时,预先准确地取一定量滤液,在硝酸酸性溶液中煮沸后,再供测定用。