

前 言

本标准是对 ZBG 20011—87《进口化肥检验方法 微量元素的原子吸收分光光度测定方法》标准的修订。

原标准 ZBG 20011—87 由上海进出口商品检验局负责起草,起草人朱瑞瑛、李慧珍。

本标准与前版无技术路线的改变,仅在标准格式上按照 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则的要求进行修订。

本标准的附录 A、附录 B 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国天津进出口商品检验局负责修订。

本标准主要起草人:蔡 晖、王向东。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口化肥检验方法 微量元素的原子吸收分光光度测定方法

SN/T 0759.1—1999

Chemical analysis of imported & exported fertilizers
—The atomic absorption spectrophotometric
method for the determination of
trace elements content

代替 ZBG 20011—87

1 范围

本标准规定了化肥中微量元素—铜、锌、铁、锰、镁含量的测定方法。
本标准适用于进出口化肥中微量元素—铜、锌、铁、锰、镁含量的检验。

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/T 622—1989 化学试剂 盐酸

GB/T 626—1989 化学试剂 硝酸

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样制样方法

3 方法提要

试样用硝酸或盐酸溶解,在2%硝酸或盐酸介质中,于原子吸收分光光度计分别在324.7nm、213.9 nm、248.3nm、279.5nm和285.2 nm的波长,以空气-乙炔火焰进行铜、锌、铁、锰和镁的测定。

4 试剂和材料

本标准除特殊规定外,均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 盐酸(GB/T 622): 1+1 溶液。

4.2 硝酸(GB/T 626): 1+1 溶液。

4.3 氯化镧溶液(0.1%): 称取0.1 g 氯化镧溶解于100 mL水中。

4.4 锌标准储备溶液(1 mg/mL): 准确称取金属锌(99.95%以上)1.000 0 g于400 mL烧杯中,加入30 mL盐酸(4.1),加热溶解,冷却后将溶液移入1 L容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg锌。

4.5 锌标准溶液(10 μg/mL): 吸取5 mL 锌标准储备溶液(4.4)于500 mL容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,此溶液1 mL含10 μg锌。

4.6 铜标准储备溶液(1 mg/mL): 准确称取金属铜(99.95%以上)1.000 0 g,置于400 mL烧杯中,加入50 mL硝酸(4.2),加热溶解,冷却后,将溶液移入1 L容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg铜。

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 1999-05-05 批准

1999-08-01 实施

4.7 铜标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 吸取 5 mL 铜标准储备溶液(4.6)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

4.8 铁标准储备溶液(1 mg/mL): 准确称取金属铁(99.9%以上)1.000 0 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(4.2),加热溶解,冷却后,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

4.9 铁标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 吸取 50 mL 铁标准储备溶液(4.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

4.10 锰标准储备溶液(1 mg/mL): 准确称取金属锰(99.9%以上)1.000 0 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(4.1),加热溶解,冷却后,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

4.11 锰标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 吸取 5 mL 锰标准储备溶液(4.10)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μg 锰。

4.12 镁标准储备溶液(1 mg/mL): 准确称取光谱纯氧化镁 1.658 4 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.1),加热溶解,冷却后,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

4.13 镁标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 吸取 5 mL 镁标准储备溶液(4.12)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μg 镁。

5 仪器与设备

原子吸收分光光度计: 附有空气-乙炔燃烧器,及铜、锌、铁、锰、镁空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标:

最低灵敏度: 等差浓度标准溶液中最高浓度标准溶液的吸光读数不低于 0.5。

工作曲线线性: 等差浓度标准溶液中两个最高浓度标准溶液的吸光读数的差值,不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光读数差值的 0.7 倍。

最小稳定性: 最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸光读数,相对于最高浓度标准溶液吸光读数平均值的变异系数,分别不大于 1.5% 和 0.6%,见附录 A。

原子吸收分光光度计之工作条件: 见附录 B。

6 试样与试料的制备与保存

6.1 试样的制备

将实验室样品研磨至 20~40 目。

实验室样品的取得按 SN/T 0736.1—1997 规定执行。

6.2 试料的制备与保存

称取试样 1 g(准确至 0.001 g)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(4.1)加热煮沸,蒸至 2~4 mL,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。

7 分析步骤

7.1 锌、铜、铁、锰吸光度的测量

将上述溶液(6.2)在原子吸收分光光度计上,分别于波长 213.9 nm, 324.7 nm, 248.3 nm, 279.5 nm 处,在空气-乙炔火焰中,与各种相应的标准溶液系列同时以水调零,测量锌、铜、铁、锰的吸光度,分别从工作曲线上查出相应的锌、铜、铁、锰量。

7.2 镁的吸光度的测量

吸取 10 mL 上述溶液(6.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 氯化镧(4.3)和 2 mL 盐酸(4.1),用水稀

释至标线,混匀。

在原子吸收分光光度计上,波长 285.2 nm 处,在空气-乙炔火焰中,与镁标准系列同时以水调零,测量镁的吸光度,从工作曲线上查出相应镁量。

7.3 工作曲线的绘制

7.3.1 锌、铜、铁、锰的工作曲线的绘制

按表 1 配制锌、铜、铁、锰标准系列,于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(4.1),用水稀释至标线,混匀。以水调零,分别测量锌、铜、铁、锰的吸光度。以上各浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,分别绘制工作曲线。

表 1 锌、铜、铁、锰标准系列表

标准溶液	溶液系列吸取体积 mL	浓 度 $\mu\text{g/mL}$	容量瓶体积 mL	备注
锌	0,0.5,1.0,1.5	0.00,0.05,0.10,0.15	100	
铜	0,1.0,2.0,3.0,4.0	0.00,0.10,0.20,0.30,0.40	100	
铁	0,1.0,2.0,3.0,4.0	0.00,1.00,2.00,3.00,4.00	100	
锰	0,2.0,4.0,6.0,8.0	0.00,0.20,0.40,0.60,0.80	100	

7.3.2 镁的工作曲线的绘制

吸取 0,2.0,4.0,6.0,8.0 mL 镁标准溶液于一组 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 氯化镧溶液(4.3)和 2 mL 盐酸(4.1),用水稀释至标线,混匀。以水调零,测镁的吸光度。以镁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

锌、铜、铁、锰、镁的百分含量,按式(1)计算:

$$\text{Zn,Cu,Fe,Mn,Mg}(\%) = \frac{c \times V}{m} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——从锌、铜、铁、锰、镁工作曲线分别查到各元素的相应浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——测定时试样的体积, mL;

m —— V mL 试液所含的试样质量, g。

附录 A

(标准的附录)

最小稳定性变异系数的计算

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光读数的变异系数计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum(C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{O}} \sqrt{\frac{\sum(O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中: S_c ——最高浓度标准溶液吸光读数的百分变异系数;

S_o ——零浓度溶液吸光读数的百分变异系数;

\bar{C} ——最高浓度标准溶液吸光读数的平均值;

C ——最高浓度标准溶液吸光读数;

\bar{O} ——零浓度溶液吸光读数的平均值;

O ——零浓度溶液吸光读数;

n ——测量次数。

附录 B

(标准的附录)

各元素测试最佳条件

元素	波长 (nm)	通带 (nm')	灯电流 (mA)	空气流量 (L/min)	乙炔流量 (L/min)
铜 Cu	324.7	0.1	6	5.5	1
铁 Fe	248.3	0.1	10	5.5	1
锌 Zn	213.9	0.1	7	5.5	1
锰 Mn	279.5	0.1	8	5.5	1
镁 Mg	285.2	0.2	4	5.5	1

注: 以上为英国进口仪器 PYE UNICAM SP 1900 的测试条件, 其他型号的仪器根据各自说明书进行测试。