

前 言

本标准是根据 GB 1.1—1993《标准化工作导则 标准的起草与表述规则 标准编写的基本规定》对 ZB G20 010—87 进行修订的。

本标准在原版本的基础上,保留了在实践中证明是准确、简便、快速的部分内容,还通过实验扩大了方法对样品的适用范围,补增了试样的制备和精密度,并对编写格式和用语进行规范化修订。

本标准从生效之日起代替 ZB G20 010—87。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国湛江进出口商品检验局。

本标准主要起草人:蔡泓、谢敏。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

进出口化肥检验方法 火焰原子吸收光谱法测定钠量

SN/T 0736.4—1997

Method of inspection for import and export fertilizers

代替 ZB G20 010—87

—Determination of sodium

—Atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了测定进出口化肥中钠含量的方法。

本标准适用于氯化钾、硫酸钾、硝酸钾等钾类化肥中钠含量的测定。

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。

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样和制样

3 方法提要

试样用水溶解,在水溶液中用原子吸收分光光度计于波长 589.0 nm,以空气-乙炔火焰测定钠的吸光度。

4 试剂

本标准中所用的水为去离子水或同等纯度的水。

4.1 氯化钾(1%):称取 1 g 不含钠的基准氯化钾(GB 10732—89),溶于 100 mL 水中。

4.2 钠标准溶液(1 mg/mL):准确称取光谱纯氯化钠 2.544 g 于 200 mL 烧杯中,用水溶解移入 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 钠。

4.3 钠标准溶液(100 μg/mL):准确吸取 50 mL 钠标准溶液(4.2),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,此溶液 1 mL 含 100 μg 钠。

5 仪器

原子吸收分光光度计:附有空气-乙炔燃烧器及钠空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标:

最低灵敏度:等差浓度标准溶液的最高浓度标准的吸光读数不低于 0.2。

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 0.8 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,应分别不大于 1.5%和 0.6%(见附录 A)。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1997-12-22 批准

1998-05-01 实施

原子吸收分光光度计的工作条件:见附录 B。

6 取样和样品的制备

6.1 样品的抽取按 SN/T 0736.1—1997。

6.2 试样需研磨至 20~40 目(筛孔 0.84~0.42 mm)。

7 测试

7.1 试液制备

称取试样(6.2)约 1 g(准确至 0.001 g),于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水,低温加热,使样品溶解完全后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,放置片刻,使溶液澄清或干滤。

7.2 钠的吸光度测定。

吸取 2.00~5.00 mL 溶液或滤液(视样品钠含量而定)(7.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。在原子吸收分光光度计上,波长 589.0 nm 处,转燃烧头 30°,在空气-乙炔火焰中,与标准溶液系列同时以水调零,测量钠的吸光度,从工作曲线上查出相应的钠量。

7.3 工作曲线的绘制

准确吸取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00 mL 钠标准溶液(4.3)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氯化钾溶液(4.1),用水稀释至标线,混匀,以水调零,测量钠的吸光度。以钠的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

钠的百分含量按式(1)计算(计算结果精确到小数后第二位):

$$\text{钠}(\text{Na}\%) = \frac{c \times V}{m} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——从钠工作曲线查得钠的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——测定时试样的体积, mL;

m —— V 毫升试液所含的试样质量, g。

9 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性(95%置信概率)。

9.1 重复性 r

同一操作者,重复测定同一样品两个结果的允许差为重复性 r 。小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值。大于或等于允许差,测定精密度不合格,要查明原因,重做试验。

9.2 再现性 R

同一样品,两个实验室各重复测定两次,得到平均值 Y_1 与 Y_2 ,比较其允许差为 $\sqrt{R^2 - r^2}/2$ 。

小于允许差,测定精密度合格,取 Y_1 与 Y_2 的平均值为最终值。

大于或等于允许差,测定精密度不合格,查明原因,重做试验。

精密度数据见表 1。

表 1 精密度数据

| 含量范围(%) | 0.05~0.50 | 0.50~2.00 |
|---------|-----------|-----------|
| r (%) | 0.02 | 0.10 |
| R (%) | 0.04 | 0.25 |

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:

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

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

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 —— 测定次数。

附录 B
(提示的附录)
仪器的工作条件

使用 PE 2380 型原子吸收分光光度计测定钠的参考工作条件如下:
 分析线: 589.0 nm 转 30°;
 狭缝宽度: 0.7;
 灯电流: 8 mA;
 空气流量: 45 L/min;
 乙炔流量: 20 L/min。