

复混肥料中钾含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of potassium content in compound fertilizers—Inductively coupled
plasma atomic emission spectrometry

2017 - 05 - 25 发布

2017 - 06 - 25 实施

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009、GB/T 20001.4—2015给出的规则起草。

本标准由广西壮族自治区产品质量检验研究院提出并归口。

本标准起草单位：广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西-东盟食品药品安全检验检测中心。

本标准主要起草人：段玉林、温韬、何晓蓉、黄海、张海殷、刘永强、黄智玉、谭凯燕、雷向荣、王雅颂、李彩霞。

复混肥料中钾含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警告：试剂中的硝酸具有强腐蚀性，相关前处理操作应在通风橱内进行并注意保证个人安全。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了复混肥料中钾含量的电感耦合等离子体原子发射光谱的测定方法。

本标准适用于复混肥料中钾含量的测定。

本标准称样量为0.5 g时，检出限为0.059 mg/kg。

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，仅所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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—2010 分析实验室用水规格和实验方法

3 方法提要

试样经热水提取后，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定试样溶液中钾元素的特征谱线强度，通过标准曲线法计算出试样中钾的含量。

4 试剂和材料

4.1 一般规定

4.1.1 除特殊规定外，本标准所用试剂均为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682—2010 中三级水的要求。

4.1.2 本标准中所用试剂和制品，除特殊规定外，均按 GB/T 603 的规定制备。

4.2 试剂

4.2.1 硝酸（HNO₃）：优级纯。

4.2.2 氯化钾（KCl）：光谱纯。

4.2.3 钾标准储备溶液（1 000 mg/L）：称取 1.907 0 g（精确至 0.000 1 g）光谱纯氯化钾溶于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（4.1）后用水稀释至刻度，摇匀。

5 仪器和设备

- 5.1 天平。
- 5.2 分析天平。感量：0.000 1 g。
- 5.3 电热板。
- 5.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-AES）。

6 试样制备

称取含氧化钾约为400 mg的试样0.5 g~5 g（称准至0.000 2 g），置于250 mL锥形瓶中，加约150 mL水，加热煮沸30 min，冷却，转移到250 mL量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初50 mL滤液后待测。

7 测定

7.1 仪器参考条件

- 7.1.1 射频功率（W）：1 150 。
- 7.1.2 辅助气流量（L/min）：0.5 。
- 7.1.3 雾化器气体流量（L/min）：0.70 。
- 7.1.4 泵速（r/min）：50 。
- 7.1.5 高度（mm）：15 。
- 7.1.6 积分时间（s）：短波 15，长波 5 。
- 7.1.7 分析谱线（nm）：404.721 {83} 。

7.2 标准工作曲线

将钾的标准储备溶液（4.2）依次稀释为含钾为0.00 mg/L、20.00 mg/L、40.00 mg/L、80.00 mg/L、120.0 mg/L、200.0 mg/L、280.0 mg/L的测定溶液，同时做标准空白，以待测元素浓度为横坐标，谱线强度为纵坐标，绘制标准工作曲线，工作曲线相关系数不小于0.999。

7.3 样品溶液的测定

标准工作曲线测定完毕后，先测定样品空白溶液，再测定试样溶液（6），通过工作曲线算出空白溶液与试样溶液中待测元素的浓度。

8 结果计算

结果按式(1)计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times \frac{V}{1000} \times 10^{-3} \times F}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X —— 试样中氧化钾的含量，按照式（1）计算；

C ——从标准工作曲线上得到的试样溶液中钾溶液浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V ——试样定容体积，单位为毫升(mL)；

c_0 ——从标准工作曲线上得到的试剂空白液中钾溶液浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

F ——钾转化为氧化钾的系数，1.2046。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

平行测定和不同实验室测定结果的允许差应符合表1要求。

表1 平行测定和不同实验室测定结果的允许差

钾的质量分数(以 K_2O 计)/%	平行测定允许差值/%	不同实验室测定允许差值/%
<10.0	0.20	0.40
10.0~20.0	0.30	0.60
>20.0	0.40	0.80

中华人民共和国广西地方标准

复混肥料中钾含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

DB45/T 1543—2017

广西壮族自治区质量技术监督局统一印刷

版权专有 侵权必究