

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1976—2010

水溶肥料 有机质含量的测定

**Water-soluble fertilizers—
Determination of organic matter content**

2010-12-23 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

水溶肥料 有机质含量的测定

1 范围

本标准规定了水溶肥料有机质含量测定的试验方法。
本标准适用于液体或固体水溶肥料中有机质含量的测定。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

3 原理

用定量的重铬酸钾—硫酸溶液氧化试样中的有机碳,剩余的重铬酸钾用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定。以试剂空白为基准,根据试样氧化前后氧化剂消耗体积,计算出有机碳含量,经过碳系数的换算得到有机质含量。

4 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.1 重铬酸钾。

4.2 重铬酸钾,工作基准。

4.3 硫酸。

4.4 硫酸亚铁。

4.5 邻菲罗啉指示剂:称取邻菲罗啉 1.490 g 溶于含有 0.700 g 硫酸亚铁(4.4)的 100 mL 水溶液中,密闭保存于棕色瓶中。

4.6 重铬酸钾溶液: $c[1/6(K_2Cr_2O_7)]=1 \text{ mol/L}$ 。称取重铬酸钾(4.1)49.031 g,溶于 500 mL 水中(必要时可加热溶解),冷却后,定容到 1 L,摇匀。

4.7 重铬酸钾标准溶液: $c[1/6(K_2Cr_2O_7)]=0.2000 \text{ mol/L}$ 。称取经 120℃ 烘至恒重的重铬酸钾基准试剂(4.2)9.807 g,用水溶解,定容至 1 L。

4.8 硫酸亚铁标准滴定溶液:称取硫酸亚铁(4.4)56 g 溶于 600 mL~800 mL 蒸馏水中,加入 20 mL 硫酸(4.3),定容至 1 L,贮于棕色瓶中保存。硫酸亚铁溶液在空气中易被氧化,使用时应标定准确浓度。

硫酸亚铁标准溶液的标定:吸取 20 mL 重铬酸钾标准溶液(4.7)于 200 mL 三角瓶中,加入 3 mL 硫酸(4.3)和邻菲罗啉指示剂(4.5)3 滴~5 滴,用硫酸亚铁标准溶液滴定。根据消耗硫酸亚铁标准溶液的体积,按式(1)计算硫酸亚铁标准溶液浓度 c_2 。

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_2 ——硫酸亚铁标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

- c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——滴定时消耗的硫酸亚铁标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5 仪器

- 5.1 通常实验室仪器。
- 5.2 电砂浴或具有相同功效的其他加热装置:温度(室温至 300℃)可调。
- 5.3 磨口三角瓶:200 mL。
- 5.4 与磨口三角瓶配套使用的磨口简易空气冷凝管:直径约 1 cm,长约 20 cm。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经多次摇动后,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 固体试样:称取试样 0.5 g~1 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,加入少量水,用玻璃棒研磨固形物使其溶解,溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

6.2.2 液体试样:称取试样 1 g~2 g(精确至 0.000 1 g)置于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

6.3 试样溶液的氧化

混匀后立即吸取 5.0 mL 试样溶液(均匀乳浊液)于 200 mL 磨口三角瓶中,加入 5.0 mL 重铬酸钾溶液(4.6)和 10.0 mL 硫酸(4.3)。

将三角瓶与简易空气冷凝管连接,置于已预热到 200℃~230℃的电砂浴上加热。当简易空气冷凝管下端落下第一滴冷凝液时开始记时,氧化 10 min±0.5 min。取下三角瓶,冷却。用水冲洗冷凝管内壁,使三角瓶中溶液体积约为 120 mL。

注:若使用油浴、孔状电加热装置进行氧化,需保证加热玻璃仪器露出热源部分至少 20 cm,并加盖漏斗。

6.4 滴定

向三角瓶中加入 3 滴~5 滴邻菲罗啉指示剂(4.5),用硫酸亚铁标准滴定溶液(4.8)滴定剩余的重铬酸钾。溶液的变色过程经橙黄→蓝绿→棕红,即达终点。如果滴定所消耗的体积不到滴定空白所消耗体积的 1/3 时,则应减少试样称样量,重新测定。

6.5 空白试验

以 5.0 mL 水代替试样溶液,其他步骤同试样溶液的测定。两次空白试验的滴定绝对差值≤0.06 mL 时,才可取平均值,代入计算公式。

7 分析结果的表述

有机质含量(w)以其质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \left[\frac{(V_1 - V_2)cD \times 0.003}{m} \times 100 - \frac{w_1}{12} \right] \times 1.724 \dots \dots \dots (2)$$

式中:

- V_1 ——测定空白时消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测定试样时消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数；

0.003——与 1.00 mL 硫酸亚铁标准滴定溶液 [$c(\text{FeSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碳的质量；

w_1 ——试样中氯离子含量,单位为百分率(%)；

1/12——与 1% 氯离子相当的有机碳的质量分数；

1.724——有机碳换算为有机质的系数；

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,结果保留三位有效数字。

8 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 1 的要求。

表 1

有机质的质量分数, %	≤5.00	>5.00
相对相差, %	≤20	≤10
注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。		

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 2 的要求。

表 2

有机质的质量分数, %	≤5.00	>5.00
相对相差, %	≤30	≤20

9 质量浓度的换算

液体肥料有机质含量 ρ (有机质)以质量浓度(g/L)表示,按式(3)计算:

$$\rho(\text{有机质}) = 10w_1 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

w_1 ——试样中有机质的质量分数,单位为百分率(%)；

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

结果保留三位有效数字。