ICS XX.XXX.XX
CCS XX

T/SITA

团 体 标 准

T/SITA XXX—XXXX

有机肥料中总氮、总磷的测定 流动注射分析仪法

Determination of total nitrogen and total phosphorus in organic fertilizers—Flow injection analysis method

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布 XXXX－XX－XX 实施

山东省检验检测协会 发 布

版　权　声　明

联系人：范红梅
联系电话：0531-51758070　15668365153
联系邮箱：keyanjishuzhongxin@163.com

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由山东省检验检测协会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：。

有机肥料中总氮、总磷的测定 流动注射分析仪法

1 范围

本文件规定了流动注射分析仪测定有机肥料总氮和总磷的方法。

本文件适用于有机肥料中总氮和总磷的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 总氮

4.1 方法原理

样品中的氮经消解后全部转化为氨态氮，采用空气片段连续流动分析技术，将试样溶液和试剂在连续流动的系统中均匀混合，在硝普钠的催化作用下，试样溶液中的铵离子与水杨酸盐和次氯酸钠发生反应生成蓝绿色络合物，在波长660 nm处测定其吸光度，根据标准曲线计算得出总氮含量。

4.2 试剂和材料

本文件所用试剂、溶液的配制，在未注明规格和配置方法时，均按 HG/T 2843 的规定，所使用的水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2.1 铵态氮（NH_4^+-N）标准溶液：5 g/L，称取 2.3585 g 于 105℃干燥 2 h 的硫酸铵于小烧杯中，用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.2.2 缓冲溶液：称取 32 g 氢氧化钠于烧杯中，加水溶解，冷却后加入 35.8 g 磷酸氢二钠和 50 g 酒石酸钾钠，溶解混合均匀后稀释至 1000 mL。

4.2.3 水杨酸钠溶液：称取 4 g 水杨酸钠，溶于水中，加入 1 g 硝普钠{$Na_2[Fe(CN)_5NO].2H_2O$}，溶解后稀释至 100 mL，一周内可保持稳定。

4.2.4 次氯酸钠溶液：移取 3 mL 次氯酸钠于 60 mL 水中，混合均匀后转移至 100 mL 容量瓶中，定容。

4.2.5 进样清洗液：4 %硫酸，移取 40 mL 硫酸至 600 mL 水中，冷却后稀释至 1000 mL。

4.3 仪器和设备

4.3.1 分析天平：精度为 0.1 mg。
4.3.2 石墨消解仪。
4.3.3 流动注射分析仪（配有铵态氮、磷通道）。
4.3.4 实验室通用玻璃器具。

4.4 分析步骤

4.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后，取出 100 g，研磨至全部通过Φ 1.00 mm 试验筛，置于洁净、干燥的容器中。

4.4.2 试样溶液的制备

称取 1 g（精确至 0.1 mg）于消煮管中，加入 10 mL 硫酸和 5 mL 过氧化氢，小心摇匀，放上弯颈漏斗，放入石墨消解炉。缓慢加热至硫酸冒烟，取下，稍冷后加入 5 mL 过氧化氢，轻摇消解管后再放入石墨消解炉，反复消煮，直至溶液呈无色至淡灰色清夜后，取下弯颈漏斗继续加热 10 min，除尽剩余的过氧化氢。取下冷却，小心加水至 20 mL~30 mL，轻轻摇动消化管，用少量水冲洗弯颈漏斗，洗液收入消化管中。将消煮液移入 250 mL 容量瓶中，冷却至室温后加水定容至刻度，摇匀，干过滤到三角瓶中，备用。

4.4.3 标准曲线的配制

分别吸取铵态氮（NH_4^+-N）标准溶液 0、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 置于 5 个 100 mL 容量瓶中，用 4 %的硫酸溶液稀释至刻度，混匀。此标准溶液的浓度分别为 0、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L。

4.4.4 仪器参考条件

设置流动注射分析仪条件：清洗比设定为 3（进样时间 45 s，清洗时间 15 s），进样速率 40 样次/h，选择波长为 660 nm 的滤光片。上述流动分析操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。

4.4.5 测定

将流动注射分析仪的溶液吸管分别置于进样清洗液、缓冲溶液、水杨酸钠溶液、次氯酸钠溶液中，待基线稳定后依次测定标准曲线和试样溶液，将称样质量和稀释倍数录入系统，得出总氮含量。连续流动分析法测定有机肥料总氮含量试剂流图见图 A.1。

4.4.6 空白试验

除不加试样外，其他步骤按 4.4.5 步骤进行。

4.5 结果计算

有机肥料中的总氮含量（铵态氮的含量）以总氮（N）的质量分数ω_1计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{C_1 \times V \times 10^{-4}}{m} \quad (1)$$

式中：

C_1---试样溶液中铵态氮浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V---试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

M---试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，计算结果表示到小数点后两位。

4.6 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10 %。

5 总磷

5.1 方法原理

采用空气片段连续流动分析技术，将试样溶液和试剂连续流动的系统中均匀混合，在加热条件下，正磷酸根与钼酸铵试剂反应生成蓝色络合物，在波长 660 nm 处测定吸光度，根据标准曲线得出磷含量。

5.2 试剂和材料

5.2.1 五氧化二磷标准溶液：5 g/L，称取 0.9580 g 于 105 ℃干燥 2 h 的磷酸二氢钾于小烧杯中，用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.2.2 钼酸铵试剂：称取 6.2 g 钼酸铵和 0.17 g 酒石酸锑钾与 500 mL 水中，溶解后稀释至 1000 mL，混匀，储存于棕色瓶中。

5.2.3 酸盐：称取 1.25 g 氯化钠溶于 100 mL 水中，缓慢加入 3 mL 硫酸，混匀后稀释至 250 mL，加入 0.2 g 十二烷基硫酸钠，溶解后混合均匀。

5.2.4 酸溶液：移取 3.5 mL 硫酸缓慢加入 100 mL 水中，冷却后稀释至 250 mL，加入 0.2 g 十二烷基硫酸钠，溶解后混合均匀。

5.2.5 抗坏血酸：称取 1.5 g 抗坏血酸溶于 60 mL 水中，稀释至 100 mL，混合均匀。

5.3 仪器和设备

仪器和设备同 4.3。

5.4 分析步骤

试样的制备、试样溶液的制备同 4.4.1、4.4.2。

5.4.1 标准曲线的配制

分别吸取五氧化二磷标准溶液 0、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 置于 5 个 100 mL 容量瓶中，用 4%的硫酸溶液稀释至刻度，混匀。此标准溶液的浓度分别为 0、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L。

5.4.2 仪器参考条件

设置流动注射分析仪条件：清洗比设定为 3（进样时间 45 s，清洗时间 15 s），进样速率 40 样次/h，选择波长为 660 nm 的滤光片。

上述流动分析操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，

以期获得最佳效果。

5.4.3 测定

将流动注射分析仪的溶液吸管分别置于进样清洗液、酸、酸盐、钼酸铵、抗坏血酸溶液中，待基线稳定后依次测定标准曲线和试样溶液，将称样质量和稀释倍数录入系统，得出磷含量。连续流动分析法测定有机肥料总磷含量试剂流图见图 A.2。

5.4.4 空白试验

除不加试样外，其他步骤按 5.3.3 步骤进行。

5.5　结果计算

有机肥料中的总磷含量以总磷（P_2O_5）的质量分数ω_2计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{C_2 \times V \times 10^{-4}}{m} \quad (2)$$

式中：

C_2---试样溶液中五氧化二磷浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V---试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

m---试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，计算结果表示到小数点后两位。

5.6　精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10 %。

附 录 A
（资料性）
附录标题

A.连续流动分析法测定有机肥料总氮、总磷含量试剂流图

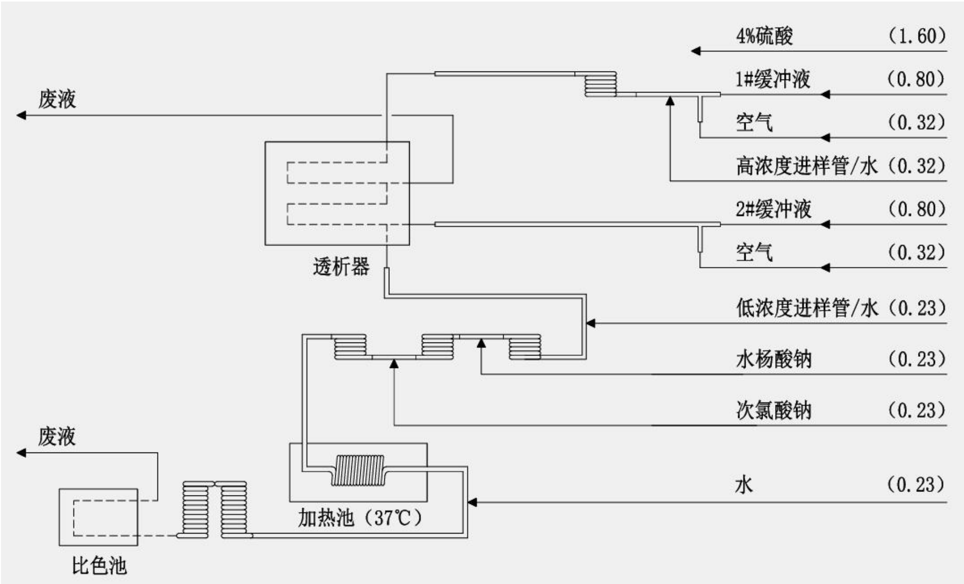

图 A.1 连续流动分析法测定有机肥料总氮含量试剂流图（括号中数据为溶液流速 mL/min）

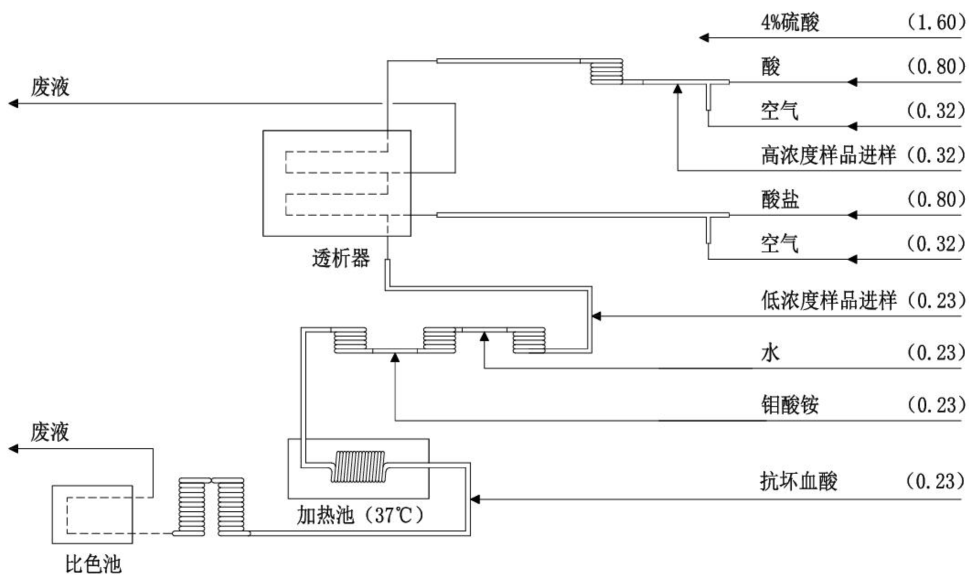

图 A.2 连续流动分析法测定有机肥料总磷含量试剂流图（括号中数据为溶液流速 mL/min）

参 考 文 献

[1] GB/T 22923-2008肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法