ICS 65.080
G 20

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1971—2010

水溶肥料　腐植酸含量的测定

**Water-soluble fertilizers—
Determination of humic-acids 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　腐植酸含量的测定

1　范围

本标准规定了水溶肥料腐植酸含量测定酸沉淀后氧化还原滴定法的试验方法。

本标准适用于液体或固体水溶肥料中腐植酸含量的测定。

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

试样溶液中的腐植酸在酸性条件下定量沉淀，其他非腐植酸类碳、氯离子及低价金属离子等干扰测定的物质留存于溶液中。弃去溶液后用定量的重铬酸钾—硫酸溶液氧化沉淀中的有机碳，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量，计算出有机碳量，经过碳系数的换算得到试样腐植酸含量。

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　邻菲啰啉指示剂：称取邻菲啰啉 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　硫酸溶液：$c[1/2(H_2SO_4)]=2$ mol/L。

4.7　氢氧化钠溶液：$c(NaOH)=0.1$ mol/L。

4.8　重铬酸钾溶液：$c[1/6(K_2Cr_2O_7)]=1$ 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，定容至 1 L，摇匀。

4.9　重铬酸钾标准溶液：$c[1/6(K_2Cr_2O_7)]=0.200\,0$ 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，摇匀。

4.10　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。

硫酸亚铁标准滴定溶液的标定：吸取 20.0 mL 重铬酸钾标准溶液(4.9)，置于 250 mL 三角瓶中，加入 3 mL 硫酸(4.3)和邻菲啰啉指示剂(4.5)3 滴～5 滴，用硫酸亚铁溶液(4.10)滴定，根据其消耗体积，计算硫酸亚铁标准滴定溶液浓度 c_2。具体按式(1)计算。

$$c_2=\frac{c_1V_1}{V_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

c_2——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度，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——吸取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 离心机：4 000 r/min，配有 50 mL 聚四氟乙烯或圆底玻璃离心管。

5.3 恒温水浴锅：温度可达 100℃±2℃。

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、干燥的容器中；液体样品经多次摇动后，迅速取出约 100 mL，置于洁净、干燥的容器中。

6.2 试样溶液的制备

6.2.1 固体试样

称取试样约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于 50 mL 烧杯中，加水约 10 mL，用玻璃棒搅拌后静置片刻，将溶液部分转入 100 mL 容量瓶中。再向烧杯中加水约 10 mL，重复此步骤 3 次。残渣部分加入 1 mL 氢氧化钠溶液(4.7)，搅拌使其溶解，转入容量瓶中，用水定容，混匀。

6.2.2 液体试样

称取试样 2 g～3 g(精确至 0.000 1 g)至 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 氢氧化钠溶液(4.7)及少量水，充分溶解后，定容，混匀。

6.3 试样溶液中腐植酸的沉淀

准确移取均匀试样溶液 5.0 mL 于离心管中，加入 5 mL 硫酸溶液(4.6)，混匀。放入离心机中以 3 000 r/min～4 000 r/min 的转速离心 10 min(若溶液中仍有固体漂浮物，需延长离心时间至固体全部沉淀)，倾去上层清液。

6.4 腐植酸的氧化

向离心管中加入 5.0 mL 重铬酸钾溶液(4.8)，缓慢加入 5 mL 硫酸(4.3)，轻摇离心管使内容物混合均匀。将离心管放在管架上，盖上漏斗，置于沸腾的水浴中加热 30 min，取出，冷却，将内容物转移至 250 mL 三角瓶中，体积应控制在 60 mL～80 mL。

6.5 滴定

向三角瓶中加入 3 滴～5 滴邻菲啰啉指示剂(4.5)，用硫酸亚铁标准滴定溶液(4.10)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。

6.6 空白试验

除不加试样外，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

腐植酸含量 w 以质量分数(%)表示，按式(2)计算：

$$w=\frac{(V_1-V_2)cD\times 1.724\times 0.003\times 1.43}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

c——测定试样及空白实验时，使用硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——空白实验时，消耗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，消耗硫酸亚铁标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.003——与 1.00 mL 硫酸亚铁标准滴定溶液[$c(FeSO_4)=1.000$ mol/L]相当的以克表示的碳的质量；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

1.724——有机碳换算为有机质的系数；

1.43——氧化校正系数 1.3 与腐植酸沉淀系数 1.1 之乘积；

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偏差值应符合表 1 的要求。

表 1

腐植酸质量分数，%	≤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偏差值应符合表 2 的要求。

表 2

腐植酸质量分数，%	≤5.00	>5.00
相对相差，%	≤30	≤20

9 质量浓度的换算

液体肥料腐植酸含量 ρ(腐植酸)以质量浓度(g/L)表示，按式(3)计算：

$$\rho(\text{腐植酸})=10w\rho \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

w——试样中腐植酸的质量分数，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。