ICS 65.080
G 20

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1974—2010

水溶肥料　铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定

Water-soluble fertilizers—Determination of copper, iron, manganese, zinc, boron, molybdenum content

2010-12-23 发布　　2011-02-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前　言

本标准遵照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是对 NY 1428—2007《微量元素水溶肥料》附录 A 的修订。

本版与原标准附录 A 的主要差异是：

——将原标准附录 A 转变为本标准正文；

——增加了铜、铁、锰、锌、钼含量测定等离子体发射光谱法的试验方法。

本标准自实施之日起，同时代替 NY 1428—2007 的附录 A

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心（北京）、农业部肥料质量监督检验中心（成都）、农业部肥料质量监督检验测试中心（济南）。

本标准主要起草人：范洪黎、刘蜜、张跃、韩岩松、黄耀蓉、代天飞、卢桂菊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——NY 1428—2007《微量元素水溶肥料》附录 A

水溶肥料　铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定

1　范围

本标准规定了水溶肥料铜、铁、锰、锌、硼、钼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铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定。

本标准附录A规定了液体或固体肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量同时测定的试验方法。

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　铜含量的测定

3.1　原子吸收分光光度法(仲裁法)

3.1.1　原理

试样溶液中的铜在微酸性介质中，于空气-乙炔火焰中原子化，所产生的原子蒸气吸收从铜空心阴极灯射出的特征波长324.6 nm的光，吸光度的大小与铜基态原子浓度成正比。

3.1.2　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。

3.1.2.1　盐酸溶液：1+1。

3.1.2.2　铜标准储备液：ρ(Cu)=1 mg/mL

3.1.2.3　铜标准溶液：ρ(Cu)=100 μg/mL。吸取铜标准储备液(3.1.2.2)10.00 mL于100 mL容量瓶中，加入盐酸溶液(3.1.2.1)10 mL，用水定容，混匀。

3.1.2.4　溶解乙炔。

3.1.3　仪器

3.1.3.1　通常实验室仪器。

3.1.3.2　水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

3.1.3.3　原子吸收分光光度计，附有空气-乙炔燃烧器及铜空心阴极灯。

3.1.4　分析步骤

3.1.4.1　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。

3.1.4.2　试样溶液的制备

3.1.4.2.1　固体试样

称取0.2 g～3 g试样(精确至0.000 1 g)置于250 mL容量瓶中，加水约150 mL，置于(25±5)℃振

荡器内，在(180±20)r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

3.1.4.2.2 **液体试样**

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

3.1.4.3 **标准曲线的绘制**

分别吸取铜标准溶液(3.1.2.3)0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 盐酸溶液(3.1.2.1)，用水定容，混匀。此标准系列铜的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.10 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下，于波长 324.6 nm 处，使用空气-乙炔火焰，以铜含量为 0 mL 的标准溶液为参比溶液调零，测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液铜的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

3.1.4.4 **测定**

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 盐酸溶液(3.1.2.1)，用水定容，混匀，在与测定标准系列溶液相同的条件下，测定其吸光值，在工作曲线上查出相应铜的质量浓度(μg/mL)。

3.1.4.5 **空白试验**

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

3.1.5 **分析结果的表述**

铜(Cu)含量 w_1 以质量分数(%)表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(\rho-\rho_0)D\times 250}{m\times 10^6}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

3.1.6 **允许差**

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

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。

3.2 **等离子体发射光谱法**

3.2.1 **原理**

试样溶液中的铜在 ICP 光源中原子化并激发至高能态，处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射，辐射强度与铜原子浓度成正比。

3.2.2 **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。

3.2.2.1 铜标准溶液：ρ(Cu)=1 mg/mL。

3.2.2.2 高纯氩气。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 通常实验室仪器。

3.2.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

3.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 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。

3.2.4.2 试样溶液的制备

3.2.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g～3 g 试样（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，加水约 150 mL，置于（25±5）℃振荡器内，在（180±20）r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

3.2.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g～3 g 试样（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

3.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取铜标准溶液（3.2.2.1）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。此标准系列铜的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前，根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后，用等离子体发射光谱仪在波长 324.754 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液铜的质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

3.2.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下，测得铜的辐射强度，在工作曲线上查出相应铜的质量浓度（μg/mL）。

3.2.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

3.2.5 分析结果的表述

铜（Cu）含量 w_1 以质量分数（%）表示，按式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液铜的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

3.2.6 **允许差**

平行测定结果的相对相差不大于10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于30%。

当测定结果小于0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

3.3 **质量浓度的换算**

液体肥料铜(Cu)含量ρ(Cu)以质量浓度(g/L)表示，按式(3)计算：

$$\rho(\mathrm{Cu}) = 10w_1\rho \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

w_1——试样中铜的质量分数，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。

结果保留到小数点后一位。

4 铁含量的测定

4.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

4.1.1 原理

试样溶液中的铁在微酸性介质中，于空气—乙炔火焰中原子化，所产生的原子蒸气吸收从铁空心阴极灯射出特征波长为248.3 nm的光，吸光度的大小与铁基态原子浓度成正比。

4.1.2 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。

4.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

4.1.2.2 铁标准储备液：ρ(Fe)=1 mg/mL。

4.1.2.3 铁标准溶液：ρ(Fe)=100 μg/mL。吸取铁标准储备液(4.1.2.2)10.00 mL于100 mL容量瓶中，加入盐酸溶液(4.1.2.1)10 mL，用水定容，混匀。

4.1.2.4 溶解乙炔。

4.1.3 仪器

4.1.3.1 通常实验室仪器。

4.1.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

4.1.3.3 原子吸收分光光度计，附有空气—乙炔燃烧器及铁空心阴极灯。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 **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。

4.1.4.2 **试样溶液的制备**

4.1.4.2.1 **固体试样**

称取0.2 g～3 g试样(精确至0.000 1 g)置于250 mL容量瓶中，加水约150 mL，置于(25±5)℃振荡器内，在(180±20)r/min的振荡频率下振荡30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

4.1.4.2.2 **液体试样**

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

4.1.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液(4.1.2.3)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 于五个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸溶液(4.1.2.1),用水定容,混匀。此标准系列铁的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下,于波长 248.3 nm 处,使用空气—乙炔火焰,以铁含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液铁的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

4.1.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸溶液(4.1.2.1),用水定容,混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定其吸光值,在工作曲线上查出相应铁的质量浓度(μg/mL)。

4.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

4.1.5 分析结果的表述

铁(Fe)含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中:

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中铁的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中铁的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

D——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试料的质量,单位为克(g);

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

4.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

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。

4.2 等离子体发射光谱法

4.2.1 原理

试样溶液中的铁在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与铁原子浓度成正比。

4.2.2 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。

4.2.2.1 铁标准溶液:ρ(Fe)=1 mg/mL。

4.2.2.2 高纯氩气。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 通常实验室仪器。

4.2.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

4.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 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。

4.2.4.2 试样溶液的制备

4.2.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g～3 g 试样（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，加水约 150 mL，置于（25±5）℃振荡器内，在（180±20）r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

4.2.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g～3 g 试样（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

4.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液（4.2.2.1）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。此标准系列铁的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前，根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后，用等离子体发射光谱仪在波长 238.204 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液铁的质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

4.2.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下，测得铁的辐射强度，在工作曲线上查出相应铁的质量浓度（μg/mL）。

4.2.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

4.2.5 分析结果的表述

铁（Fe）含量 w_2 以质量分数（%）表示，按式（5）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0) D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液铁的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中铁的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

4.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

4.3 质量浓度的换算

液体肥料铁(Fe)含量ρ(Fe)以质量浓度(g/L)表示，按式(6)计算：

$$\rho(\mathrm{Fe}) = 10w_2\rho \quad \cdots\cdots (6)$$

式中：

w_2——试样中铁的质量分数，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。

结果保留到小数点后一位。

5 锰含量的测定

5.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

5.1.1 原理

试样溶液中的锰在微酸性介质中，于空气—乙炔火焰中原子化，所产生的原子蒸气吸收从锰空心阴极灯射出的特征波长279.5 nm的光，吸光度的大小与锰基态原子浓度成正比。

5.1.2 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。

5.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.1.2.2 锰标准储备液：ρ(Mn)=1 mg/mL。

5.1.2.3 锰标准溶液：ρ(Mn)=100 μg/mL。准确吸取锰标准储备液(5.1.2.2)10.00 mL于100 mL容量瓶中，加入盐酸溶液(5.1.2.1)10 mL，用水定容，混匀。

5.1.2.4 溶解乙炔。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 通常实验室仪器。

5.1.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

5.1.3.3 原子吸收分光光度计，附有空气—乙炔燃烧器及锰空心阴极灯。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 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。

5.1.4.2 试样溶液的制备

5.1.4.2.1 固体试样

称取0.2 g～3 g试样(精确至0.000 1 g)置于250 mL容量瓶中，加水约150 mL，置于(25±5)℃振荡器内，在(180±20)r/min的振荡频率下振荡30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

5.1.4.2.2 液体试样

称取0.2 g～3 g试样(精确至0.000 1 g)置于250 mL容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

5.1.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取锰标准溶液(5.1.2.3)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL于五个100 mL容量瓶

中，加入 4 mL 盐酸溶液(5.1.2.1)，用水定容，混匀。此标准系列锰的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下，于波长 279.5 nm 处，使用空气—乙炔火焰，以锰含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零，测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液锰的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

5.1.4.4 **测定**

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 盐酸溶液(5.1.2.1)，用水定容，混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下，测定其吸光值，在工作曲线上查出相应锰的质量浓度(μg/mL)。

5.1.4.5 **空白试验**

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

5.1.5 **分析结果的表述**

锰(Mn)含量 w_3 以质量分数(%)表示，按式(7)计算：

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中铁的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中铁的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

5.1.6 **允许差**

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

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。

5.2 **等离子体发射光谱法**

5.2.1 **原理**

试样溶液中的锰在 ICP 光源中原子化并激发至高能态，处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射，辐射强度与锰原子浓度成正比。

5.2.2 **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。

5.2.2.1 锰标准溶液：ρ(Mn)=1 mg/mL；

5.2.2.2 高纯氩气。

5.2.3 **仪器**

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

5.2.3.3 等离子发射光谱仪。

5.2.4 **分析步骤**

5.2.4.1 **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。

5.2.4.2 试样溶液的制备

5.2.4.2.1 固体试样

称取0.2 g～3 g试样（精确至0.000 1 g）置于250 mL容量瓶中，加水约150 mL，置于（25±5）℃振荡器内，在（180±20）r/min的振荡频率下振荡30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

5.2.4.2.2 液体试样

称取0.2 g～3 g试样（精确至0.000 1 g）置于250 mL容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

5.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取锰标准溶液（5.2.2.1）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL于六个100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。此标准系列锰的质量浓度分别为0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前，根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后，用等离子体发射光谱仪在波长260.568 nm处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液锰的质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

5.2.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下，测得锰的辐射强度，在工作曲线上查出相应锰的质量浓度（μg/mL）。

5.2.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

5.2.5 分析结果的表述

锰（Mn）含量w_3以质量分数（%）表示，按式（8）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液锰的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中锰的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

5.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于30%。

当测定结果小于0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

5.3 质量浓度的换算

液体肥料锰（Mn）含量ρ（Mn）以质量浓度（g/L）表示，按式（9）计算：

$$\rho(\mathrm{Mn}) = 10 w_3 \rho \quad \cdots\cdots (9)$$

式中：

w_3——试样中锰的质量分数，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。

结果保留到小数点后一位。

6 锌含量的测定

6.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

6.1.1 原理

试样溶液中的锌在微酸性介质中，于空气—乙炔火焰中原子化，所产生的原子蒸气吸收从锌空心阴极灯射出的特征波长 213.9 nm 的光，吸光度的大小与锌基态原子浓度成正比。

6.1.2 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。

6.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.1.2.2 锌标准储备液：ρ(Zn)=1 mg/mL。

6.1.2.3 锌标准溶液：ρ(Zn)=100 μg/mL。准确吸取锌标准储备液(6.1.2.2)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入盐酸溶液(6.1.2.1)10 mL，用水定容，混匀。

6.1.2.4 溶解乙炔。

6.1.3 仪器

6.1.3.1 通常实验室仪器。

6.1.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

6.1.3.3 原子吸收分光光度计，附有空气—乙炔燃烧器及锌空心阴极灯。

6.1.4 分析步骤

6.1.4.1 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。

6.1.4.2 试样溶液的制备

6.1.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，加水约 150 mL，置于(25±5)℃振荡器内，在(180±20)r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

6.1.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

6.1.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取锌标准溶液(6.1.2.3)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 于五个 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 盐酸溶液(6.1.2.1)，用水定容，混匀。此标准系列锌的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL 5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下，于波长 213.9 nm 处，使用空气—乙炔火焰，以锌含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零，测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液锌的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

6.1.4.4 **测定**

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 盐酸溶液(6.1.2.1)，用水定容，混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下，测定其吸光值，在工作曲线上查出相应锌的质量浓度(μg/mL)。

6.1.4.5 **空白试验**

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

6.1.5 **分析结果的表述**

锌(Zn)含量 w_4 以质量分数(%)表示，按式(10)计算：

$$w_4 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (10)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中铁的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中铁的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

6.1.6 **允许差**

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

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。

6.2 **等离子体发射光谱法**

6.2.1 **原理**

试样溶液中的锌在 ICP 光源中原子化并激发至高能态，处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射，辐射强度与锌原子浓度成正比。

6.2.2 **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。

6.2.2.1 锌标准溶液：ρ(Zn)=1 mg/mL。

6.2.2.2 高纯氩气。

6.2.3 **仪器**

6.2.3.1 通常实验室仪器。

6.2.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

6.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

6.2.4 **分析步骤**

6.2.4.1 **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。

6.2.4.2 **试样溶液的制备**

6.2.4.2.1 **固体试样**

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,加水约 150 mL,置于(25±5)℃振荡器内,在(180±20)r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

6.2.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

6.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取锌标准溶液(6.2.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列锌的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 213.857 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液锌的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

6.2.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得锌的辐射强度,在工作曲线上查出相应锌的质量浓度(μg/mL)。

6.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

6.2.5 分析结果的表述

锌(Zn)含量 w_4 以质量分数(%)表示,按式(11)计算:

$$w_4 = \frac{(\rho-\rho_0)D\times 250}{m\times 10^6}\times 100 \quad \cdots\cdots (11)$$

式中:

ρ——由工作曲线查出的试样溶液锌的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中锌的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

D——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试料的质量,单位为克(g);

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

6.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

6.3 质量浓度的换算

液体肥料锌(Zn)含量 ρ(Zn)以质量浓度(g/L)表示,按式(12)计算:

$$\rho(\mathrm{Zn}) = 10w_4\rho \quad \cdots\cdots (12)$$

式中:

w_4——试样中锌的质量分数,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。

结果保留到小数点后一位。

7 硼含量的测定

7.1 等离子体发射光谱法(仲裁法)

7.1.1 原理

试样溶液中的硼在ICP光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与硼原子浓度成正比。

7.1.2 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。

7.1.2.1 硼标准溶液:$\rho(B)=1$ mg/mL

7.1.2.2 高纯氩气。

7.1.3 仪器

7.1.3.1 通常实验室仪器。

7.1.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

7.1.3.3 等离子体发射光谱仪。

7.1.4 分析步骤

7.1.4.1 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。

7.1.4.2 试样溶液的制备

7.1.4.2.1 固体试样

称取0.2 g~3 g试样(精确至0.000 1 g)置于250 mL容量瓶中,加水约150 mL,置于(25±5)℃振荡器内,在(180±20)r/min的振荡频率下振荡30 min。取出后用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

7.1.4.2.2 液体试样

称取0.2 g~3 g试样(精确至0.000 1 g)置于250 mL容量瓶中,用水定容,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液后,滤液待测。

7.1.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取硼标准溶液(7.1.2.1)0 mL 0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL于六个100 mL容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列硼的质量浓度分别为0 μg/mL、5.0 μg/mL 10.0 μg/mL 40.0 μg/mL 80.0 μg/mL 100.0 μg/mL

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长249.772 nm处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液硼的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

7.1.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得硼的辐射强度,在工作曲线上查出相应硼的质量浓度(μg/mL)。

7.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

7.1.5 分析结果的表述

硼(B)含量 w_5 以质量分数(%)表示，按式(13)计算：

$$w_5 = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (13)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液硼的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中硼的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

7.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于30%。

当测定结果小于0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

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。

7.2 甲亚胺-H酸分光光度法

7.2.1 原理

试样经振荡提取后，用EDTA掩蔽铁、铝、铜等干扰离子。当pH为5时，试样溶液中的硼酸根离子与甲亚胺-H酸生成黄色配合物，在波长415 nm处测定其吸光度。

7.2.2 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。

7.2.2.1 氢氧化钠溶液：ρ(NaOH)=20 g/L。

7.2.2.2 盐酸溶液：1+10。

7.2.2.3 乙酸铵缓冲溶液：pH≈5.2。

7.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液：ρ(EDTA)=37.3 g/L。

7.2.2.5 甲亚胺-H酸。

7.2.2.6 显色剂溶液：称取0.6 g甲亚胺-H酸和2 g抗坏血酸，置于100 mL聚乙烯烧杯中，加水30 mL，加热至35℃～40℃使其溶解，冷却后转移至100 mL石英容量瓶中，加水至刻度，混匀，用时现配。

7.2.2.7 硼标准储备溶液：ρ(B)=1 mg/mL。

7.2.2.8 硼标准溶液：ρ(B)=0.02 mg/mL。吸取5.0 mL硼标准储备溶液(7.2.2.7)于250 mL石英容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，使用时现配。

7.2.3 仪器

7.2.3.1 通常实验室仪器。

7.2.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

7.2.3.3 酸度计：灵敏度为0.01pH单位。

7.2.3.4 分光光度计：带有光程为1 cm的石英吸收池。

7.2.3.5 石英量瓶及石英吸管。

7.2.4 分析步骤

7.2.4.1 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。

7.2.4.2 试样溶液的制备

7.2.4.2.1 固体试样

称取0.2 g～3 g试样（精确至0.000 1 g）置于250 mL容量瓶中，加水约150 mL，置于（25±5）℃振荡器内，在（180±20）r/min的振荡频率下振荡30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

7.2.4.2.2 液体试样

称取0.2 g～3 g试样（精确至0.000 1 g）置于250 mL容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

7.2.4.3 工作曲线的绘制

按表1所示，吸取硼标准溶液（7.2.2.8）置于五个50 mL聚乙烯烧杯中。于各烧杯中加入10 mL EDTA溶液（7.2.2.4），用氢氧化钠溶液（7.2.2.1）或盐酸溶液（7.2.2.2）调节pH至5.0，加入5 mL乙酸铵缓冲溶液（7.2.2.3）和5.0 mL显色剂溶液（7.2.2.6），转移至50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，于室温下避光放置3 h。用1 cm吸收池，在波长415 nm处，以硼含量为0 μg/mL的标准溶液为参比溶液，调节分光光度计的吸光度为零后，测定各标准溶液的吸光度。

表1

硼标准溶液体积，mL	0	0.5	1.0	2.0	4.0
相应硼的浓度，μg/mL	0	0.2	0.4	0.8	1.6

显色溶液在暗处放置3 h后，还可稳定2 h，测定应在此期间完成。以各标准溶液硼的质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.2.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于50 mL聚乙烯烧杯中，以下按7.2.4.3规定的操作步骤，从“于各烧杯中加入10 mL EDTA溶液，……”开始，直至“……溶液的吸光度”为止完成测定。

7.2.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

7.2.5 分析结果的表述

硼（B）含量w_5以质量分数（%）表示，按式（14）计算：

$$w_5 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 50 \times 250}{mV \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (14)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中硼的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中硼的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

50——显色体积，单位为毫升（mL）；

250——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

V——吸取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

10^6——将克换算成微克的系数。

7.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表2要求。

表 2

硼的质量分数，%	<0.01	0.01～0.10	>0.10
相对相差，%	≤50	≤30	≤15

7.3 质量浓度的换算

液体肥料硼(B)含量 $\rho(B)$ 以质量浓度(g/L)表示，按式(15)计算：

$$\rho(B) = 10w_5\rho \quad \cdots\cdots (15)$$

式中：

w_5——试样中硼的质量分数，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。

结果保留到小数点后一位。

8 钼含量的测定

8.1 等离子体发射光谱法(仲裁法)

8.1.1 原理

试样溶液中的钼在 ICP 光源中原子化并激发至高能态，处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射，辐射强度与钼原子浓度成正比。

8.1.2 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。

8.1.2.1 钼标准溶液：ρ(Mo)=1 mg/mL。

8.1.2.2 高纯氩气。

8.1.3 仪器

8.1.3.1 通常实验室仪器。

8.1.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

8.1.3.3 等离子体发射光谱仪。

8.1.4 分析步骤

8.1.4.1 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。

8.1.4.2 试样溶液的制备

8.1.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，加水约 150 mL，置于(25±5)℃振荡器内，在(180±20)r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

8.1.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

8.1.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取钼标准溶液(8.1.2.1)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100

mL 容量瓶中，用水定容，混匀。此标准系列钼的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前，根据待测元素性质和仪器性能，进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后，用等离子体发射光谱仪在波长 202.032 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液钼的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

8.1.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下，测得钼的辐射强度，在工作曲线上查出相应钼的质量浓度(μg/mL)。

8.1.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

8.1.5 分析结果的表述

钼(Mo)含量 w_6 以质量分数(%)表示，按式(16)计算：

$$w_6 = \frac{(\rho - \rho_0) D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (16)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液钼的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中钼的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

D——测定时试样溶液的稀释倍数；

250——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

8.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时，平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

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。

8.2 硫氰酸钠分光光度法

8.2.1 原理

试样经水提取后，在酸性介质中，用氯化亚锡将试样中的六价钼还原成五价钼，五价钼与硫氰酸根离子反应生成橙红色配合物，在波长 460 nm 处测定其吸光度。

8.2.2 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。

8.2.2.1 盐酸。

8.2.2.2 高氯酸。

8.2.2.3 盐酸溶液：1+1。

8.2.2.4 硫酸溶液：1+1。

8.2.2.5 硫酸铁溶液：$\rho[Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O]=50$ g/L。称取 5 g 硫酸铁 $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$，于适量水和约 10 mL 硫酸溶液(8.2.2.4)中加热溶解后，冷却，用水稀释至 100 mL，混匀。

8.2.2.6 氯化亚锡溶液：$\rho(SnCl_2 \cdot 2H_2O)=100$ g/L。称取 100 g 氯化亚锡 $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ 于盛有 400 mL 盐酸溶液(8.2.2.3)的烧杯中，加热溶解后，冷却，用水稀释至 1 000 mL，置于棕色瓶中保存，现用现

配。

8.2.2.7 硫氰酸钠溶液：ρ(NaCNS)＝100 g/L。

8.2.2.8 钼标准储备溶液：ρ(Mo)＝1 mg/mL。

8.2.2.9 钼标准溶液：ρ(Mo)＝0.1 mg/mL。吸取 10.00 mL 钼标准储备溶液(8.2.2.8)于 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

8.2.3 仪器

8.2.3.1 通常实验室仪器。

8.2.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

8.2.3.3 分光光度计：带有 1 cm 吸收池。

8.2.4 分析步骤

8.2.4.1 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。

8.2.4.2 试样溶液的制备

8.2.4.2.1 固体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，加水约 150 mL，置于(25±5)℃振荡器内，在(180±20)r/min 的振荡频率下振荡 30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

8.2.4.2.2 液体试样

称取 0.2 g～3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

8.2.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取钼标准溶液(8.2.2.9)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 于七个 100 mL 容量瓶中，于各容量瓶中加入一定量水，使溶液体积约为 50 mL，再加入 5 mL 硫酸溶液(8.2.2.4)、5 mL 高氯酸(8.2.2.2)及 2 mL 硫酸铁溶液(8.2.2.5)，摇匀，然后边摇边缓慢地加入 16 mL 硫氰酸钠溶液(8.2.2.7)和 10 mL 氯化亚锡溶液(8.2.2.6)，用水稀释至刻度，混匀，静置 1 h。此标准系列钼的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、1.50 μg/mL、2.00 μg/mL、2.50 μg/mL、3.00 μg/mL。用 1 cm 吸收池，在波长 460 nm 处，以钼含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液，调节分光光度计的吸光度为零后，测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液中钼的质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

8.2.4.4 测定

吸取一定体积的试样溶液于 100 mL 容量瓶中，以下按 8.2.4.3 规定的操作步骤，从“于各容量瓶中加入一定量水，……”开始，直至“……溶液的吸光度”为止完成测定。

注：如溶液浑浊，用离心机离心，取上层清液测定吸光度。

8.2.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的测定。

8.2.5 分析结果的表述

钼(Mo)的含量 w_6 以质量分数(%)表示，按式(17)计算：

$$w_6 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 100 \times 250}{mV \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (17)$$

式中：

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中钼的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中钼的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

100——显色体积，单位为毫升(mL)；

250——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)；

V——吸取试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

8.2.6 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表3要求。

表3

钼的质量分数，%	<0.01	0.01～0.10	>0.10
相对相差，%	≤50	≤30	≤15

8.3 质量浓度的换算

液体肥料钼(Mo)含量ρ(Mo)以质量浓度(g/L)表示，按式(18)计算：

$$\rho(\mathrm{Mo}) = 10w_6\rho \cdots\cdots (18)$$

式中：

w_6——试样中钼的质量分数(%)；

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。

结果保留到小数点后一位。

附 录 A
（规范性附录）
水溶肥料铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定 等离子体发射光谱法

A.1 原理

试样溶液中的铜、铁、锰、锌、硼、钼在ICP光源中原子化并激发至高能态，处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射，辐射强度与原子浓度成正比。

A.2 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。

A.2.1 铜标准溶液：ρ(Cu)=1 mg/mL

A.2.2 铁标准溶液：ρ(Fe)=1 mg/mL

A.2.3 锰标准溶液：ρ(Mn)=1 mg/mL

A.2.4 锌标准溶液：ρ(Zn)=1 mg/mL

A.2.5 硼标准溶液：ρ(B)=1 mg/mL

A.2.6 钼标准溶液：ρ(Mo)=1 mg/mL

A.2.7 高纯氩气。

A.3 仪器

A.3.1 通常实验室仪器。

A.3.2 水平往复式振荡器或具有相同功效的振荡装置。

A.3.3 等离子体发射光谱仪。

A.4 分析步骤

A.4.1 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。

A.4.2 试样溶液的制备

A.4.2.1 固体试样

称取0.2 g～3 g试样（精确至0.000 1 g）置于250 mL容量瓶中，加水约150 mL，置于(25±5)℃振荡器内，在(180±20)r/min的振荡频率下振荡30 min。取出后用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

A.4.2.2 液体试样

称取0.2 g～3 g试样（精确至0.000 1 g）置于250 mL容量瓶中，用水定容，混匀。干过滤，弃去最初几毫升滤液后，滤液待测。

A.4.3 混合工作曲线的绘制

吸取铜标准溶液(A.2.1)、铁标准溶液(A.2.2)、锰标准溶液(A.2.3)、锌标准溶液(A.2.4)、硼标准溶液(A.2.5)和钼标准溶液(A.2.6)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此混合标准系列铜、铁、锰、锌、硼、钼的质量浓度分别为 0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在各元素特征波长处(铜:324.754 nm;铁:238.204 nm;锰:260.568 nm;锌:213.857 nm;硼:249.772 nm;钼:202.032 nm)测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

A.4.4 测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得待测元素的辐射强度,在工作曲线上查出相应的质量浓度(μg/mL)。

A.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

A.5 分析结果的表述

待测元素含量 w 以质量分数(%)表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \cdots\cdots (A.1)$$

式中:

ρ——由工作曲线查出的试样溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0——由工作曲线查出的空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

D——测定时试样溶液的稀释倍数;

250——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试料的质量,单位为克(g);

10^6——将克换算成微克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

A.6 允许差

平行测定结果的相对相差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对相差不大于 30%。

当测定结果小于 0.15%时,平行测定结果及不同实验室测定结果相对相差不计。

A.7 质量浓度的换算

液体肥料待测元素含量 ρ_1 以质量浓度(g/L)表示,按式(A.2)计算:

$$\rho_1 = 10w\rho \quad \cdots\cdots (A.2)$$

式中:

w——试样中待测元素的质量分数,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。

结果保留到小数点后一位。