

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4546—2025

肥料和土壤调理剂 单质硫含量的测定

Fertilizers and soil amendments—Determination of elemental sulfur content

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部

发布



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》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由农业农村部肥料标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、国家化肥质量检验检测中心（北京）、农业农村部肥料质量监督检验测试中心（成都）、农业农村部肥料质量监督检验测试中心（杭州）、农业农村部肥料质量监督检验测试中心（郑州）、全国农业技术推广服务中心、北京市耕地建设保护中心、北京市大兴区种植业技术推广站。

本文件主要起草人：汪洪、孔令娥、孙蓓锋、李亚丽、高飞、袁天佑、边武英、赵迪、刘继培、张宇航、赵英杰、栾桂云、沈月、岳虹羽、刘蜜、张立锁、荣向农。



肥料和土壤调理剂 单质硫含量的测定

1 范围

本文件规定了肥料和土壤调理剂中单质硫含量测定的试验方法。

本文件适用于肥料和土壤调理剂中单质硫含量的测定。

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,仅该日期所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

GB/T 11415 实验室烧结(多孔)过滤器 孔径、分级和牌号

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

单质硫 elemental sulfur

肥料和土壤调理剂中以游离态形式存在的硫元素。

4 原理

基于不同形态硫的溶解特性,分别用酸和热水溶出可溶物、硫饱和的丙酮溶液溶出干扰物,再用二硫化碳溶出全部单质硫,通过减量法计算出单质硫的含量。

5 试剂和材料

5.1 本文件中所用试剂和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应用分析纯。

5.2 实验室用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。

5.3 本文件中所用试剂包括:

- a) 盐酸: $\rho(\text{HCl})=1.19\text{ g/mL}$;
- b) 氯化钡;
- c) 丙酮;
- d) 硫(硫黄),固态;
- e) 二硫化碳。

5.4 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸(5.1),缓慢加入约 50 mL 水中,用水稀释至 100 mL,混匀。

5.5 氯化钡溶液 $[\rho(\text{BaCl}_2)=100\text{ g/L}]$:称取 10.00 g 氯化钡(BaCl_2)溶于 100 mL 水中。

5.6 硫饱和的丙酮溶液:将一定量的硫黄加入丙酮中,不断搅拌,溶解后再加入适量硫黄并搅拌,直至丙酮中有硫黄析出,得到硫饱和的丙酮溶液。

6 仪器设备

6.1 通常实验室仪器。

6.2 玻璃坩埚式过滤器:应符合 GB/T 11415 的规定,牌号为 P₁₀,滤板孔径为 4 μm ~10 μm ,容积为 30 mL。

6.3 减压抽滤装置。

6.4 恒温干燥箱:温度可控制在 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

6.5 分析天平:分度值为 0.000 1 g。

6.6 电热板。

7 试验步骤

警告——丙酮、二硫化碳有毒易燃,相关操作应在通风橱内进行。本文件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。

7.1 试样的制备

固体样品经四分法多次缩分后,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,可全部通过 1.00 mm 孔径筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中。

7.2 测定

称取一定量试样(含硫为 100 mg~150 mg,称量精确至 0.000 1 g)置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水、15 mL 盐酸,盖上表面皿,在电热板上加热至沸腾,并保持 10 min,将烧杯中的内容物全部转移至洁净的玻璃坩埚式过滤器中,再用大约 60 $^{\circ}\text{C}$ 的热水少量多次洗涤水不溶解物,无损转入玻璃坩埚过滤器内,抽干,直至滤液中无硫酸根离子。

用 10 mL 硫饱和的丙酮溶液(5.6)上清液洗涤玻璃坩埚式过滤器及其内容物,浸泡 10 min,后抽干,重复同样操作不少于 5 次,然后在 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内干燥 1h,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量,直至恒重(m_2)。再用 5 mL 二硫化碳洗涤玻璃坩埚式过滤器及其内容物,浸泡静置 10 min,抽干,重复同样操作 3 次~5 次,直至试样中的硫冲洗干净。然后在 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内干燥 1 h,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量(精确至 0.000 1 g)直至恒重(m_1)。2 次质量差为硫的质量。

注:将滤液 1 mL 承接于小试管中,加一滴盐酸溶液(1+1)(5.4)和几滴氯化钡溶液(5.5),摇匀,5 min 后观察,如无浑浊出现,表示硫酸根已洗净。

为防止丙酮和二硫化碳挥发,浸泡过程中可将坩埚上加盖表面皿等。

7.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同 7.2 的测定。

注:过滤器使用后需进行洗涤处理,可用重铬酸钾-浓硫酸洗涤液浸泡过夜 12 h 以上,用自来水反复冲洗,再用三级水抽滤后备用。

7.4 试验数据处理

单质硫含量 w 以质量分数(%)表示,按公式(1)计算。

$$w = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——测定时用硫饱和的丙酮溶液洗涤后称得的试料和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——测定时用二硫化碳洗涤后称得的试料和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验中硫的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果最多保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立平行测定结果相对相差应 $\leq 3.0\%$;在再现性条件下,不同实验室测定结果的相对相差应 $\leq 6.0\%$ 。

注:相对相差(%)是 2 次测定值的绝对差值与 2 次测量值的算术平均值之比乘以 100。