

X 射线荧光光谱法分析硫酸铵中的氮含量

XRF-026

摘要：化肥中的元素氮对作物生长起着非常重要的作用，有效的实施化肥在作物生长的不同阶段有着不同的作用，所施化肥的量的多少直接关系作物的生长。本文参考 SNT 3810-2014《尿素和硫酸铵中氮含量测定 X 射线荧光光谱法》标准，使用岛津 XRF-1800 建立了硫酸铵中氮元素的含量测定方法，该方法对含 N 量 18.5%-21.2% 的硫酸铵均可分析，相对偏差小于 0.2%。

关键词：硫酸铵 氮肥 氮的分析 XRF

“庄稼一枝花，全靠肥当家”，合理的使用好化肥对促进农作物的生长和产量的提高非常重要。

化肥是用化学方法制成的含有一种或几种农作物生长需要的营养元素的化合物。是化学肥料的简称。只含有一种可标明含量的营养元素的化肥称为单元肥料，如氮肥、磷肥、钾肥。土壤中的常量营养元素氮、磷、钾通常不能满足作物生长的需求，需要施用含氮、磷、钾的化肥来补足。

氮肥是含有作物营养元素氮的化肥。元素氮

对作物生长起着非常重要的作用，它是植物体内氨基酸的组成部分、是构成蛋白质的成分，也是植物进行光合作用起决定作用的叶绿素的组成部分。常见的氮肥有：硫酸铵： $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ；碳酸氢铵： NH_4HCO_3 ；硝酸铵： NH_4NO_3 尿素： $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 。本文以硫酸铵肥料为例，参考 SNT 3810-2014《尿素和硫酸铵中氮含量测定 X 射线荧光光谱法》，使用岛津 XRF-1800 建立了方法实验。该方法对含 N 量 18.5%-21.2% 的硫酸铵均可分析（相当于硫酸铵含量 87%-100%），相对偏差小于 0.2%。

■ 仪器和分析条件

1.1 仪器

岛津单道扫描型波长色散 X 射线荧光光谱仪 XRF-1800
端窗 Rh 靶；照射直径 30 mm

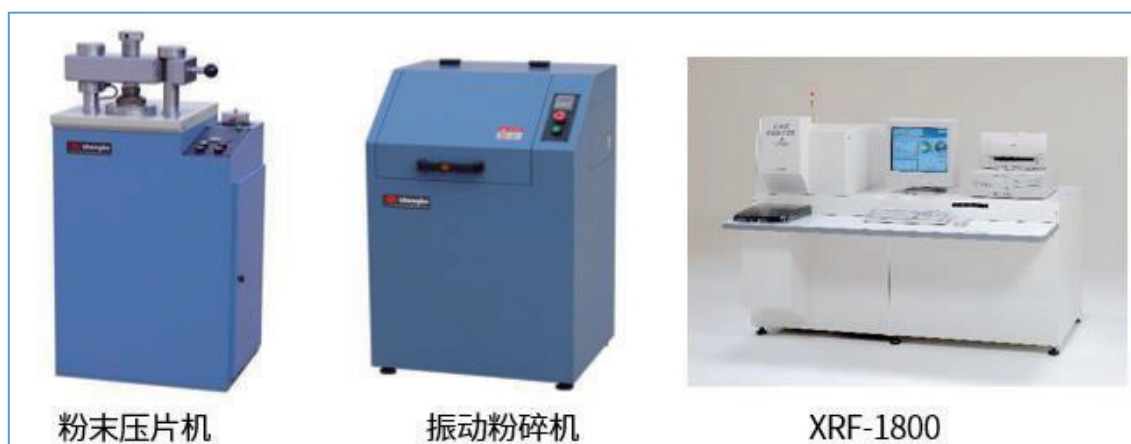


图 1 所用设备

1.2 分析条件

表 1 分析条件

元素	分析线	分析晶体	狭缝	检测器	管电压 (kV)	管电流 (mA)	峰值 (°)	峰测试时间 (s)	背景 (°)	背景测试时间 (s)
N	Ka	SX-76	高灵敏	FPC	20	120	33.35	60	38.50	30

注: SX-76 为 N 专用晶体。

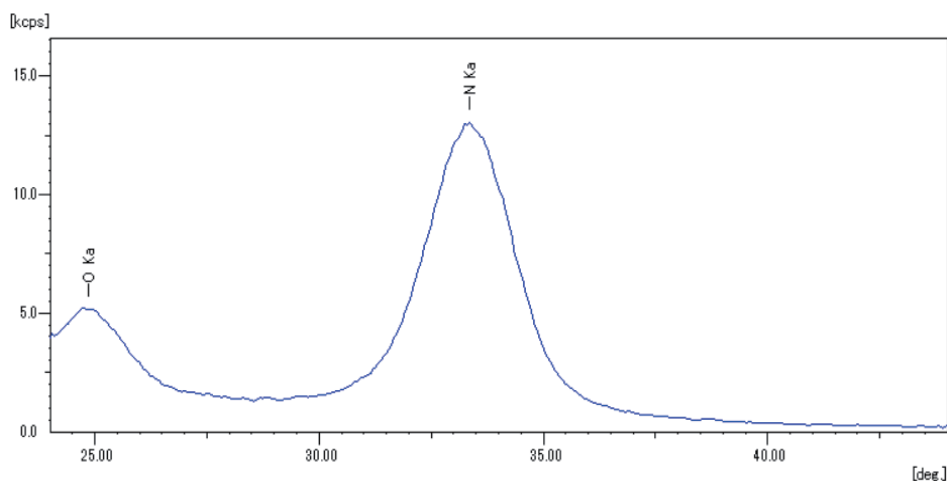


图 2 硫酸铵中 N 的谱峰

■ 标样的制备

参考标准 SNT 3810-2014, 使用高纯化学试剂硫酸铵和优质纯硼酸按照一定的比例进行配比, 得到表中的各标号。使用前将所用试剂在 90°干燥一小时备用 (硫酸铵在 100°有分解, 资料来源: 《化工辞典》第三版)。

表 2 标准样品的配制

标样号	硫酸铵量 (g)	硼酸量 (g)	换算含氮量 (%)
1#	20.0	0	21.21
2#	19.6	0.4	20.78
3#	19.2	0.8	20.35
4#	18.8	1.2	19.93
5#	18.4	1.6	19.50

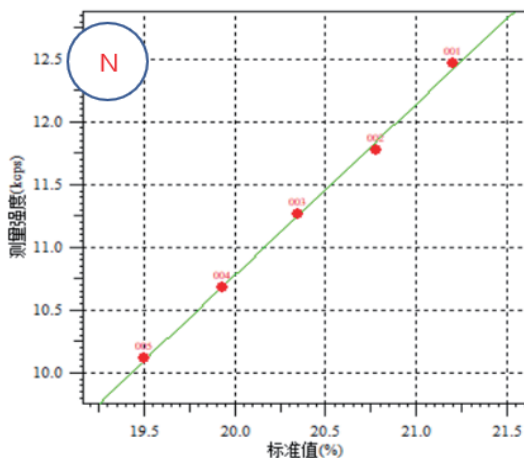


图 3 工作曲线

■ 精度分析

表 3 精度分析数据 (每次分析之间间隔 15 分钟, 分析 11 次)

样品 1#	N 元素含量 (%)	样品 2#	N 元素含量 (%)
平均值	21.21	平均值	20.47
STD	0.015	STD	0.034
C.V.(%)	0.072	C.V.(%)	0.167
相当纯度 *	100%	相当纯度 *	96.51%

*“相当纯度”指换算为硫酸铵的纯度

■ 讨论

由于 N 元素是超轻元素, 其检测灵敏度低, 信号强度弱, 结果受测试强度波动影响较大; 为了提高分析稳定性和灵敏性, 选择低电压大电流的方式, 同时考虑延长测试时间等方法, 提高分析的稳定性; 颗粒度的大小对 N 元素也有一定的影响, 所以要确保样品的颗粒度及均匀性, 颗粒度保持一致, 一般要保证 150 目; 同时, 考虑到这些盐类在大气下容易吸潮, 所以使用前需要进行烘干, 超过 100°C 有可能引起硫酸铵的分解, 所以选择在 90°C 烘干一小时备用。

■ 结论

岛津 XRF-1800 波长色散 X 射线荧光光谱仪, 可以配备超轻元素 N 所需要的晶体 SX-76, 配合合适的狭缝 / 探测器、选用低电压大电流, 可以满足硫酸铵化肥中氮元素含量的快速分析, 完美应对 SNT 3810-2014 《尿素和硫酸铵中氮含量测定 X 射线荧光光谱法》标准。

参考: 1、《化工辞典》第三版

2、SNT 8310-2014 《尿素和硫酸铵中氮含量测定 X 射线荧光光谱法》

岛津应用云

