



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、总铊含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of total nickel, total cobalt, total selenium, total vanadium, total stibium, total thallium in fertilizers—Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2019-06-10）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC105）归口。

本标准负责起草单位：

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、总铊含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了用等离子体发射光谱法（ICP-AES）测定肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、总铊含量的方法。

本标准适用于各种工艺生产的商品肥料。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样中的总镍、总钴、总硒、总钒、总锑用王水消化提取，电感耦合等离子体发射光谱法进行测定。

试样中的总铊测定用王水消化提取，甲基异丁基甲酮萃取富集后，将萃取液蒸干，残渣用硝酸消解，用电感耦合等离子体发射光谱法进行测定。

4 试剂和材料

警示：本附录中所用的盐酸具有腐蚀性，硝酸具有腐蚀性和氧化性，试验人员应进行适当防护。本附录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。

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂，实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

4.1 硝酸：优级纯。

4.2 10%硝酸溶液：1+9。

4.3 盐酸：优级纯。

4.4 盐酸溶液：1+1。

4.5 碘化钾-抗坏血酸溶液：称取 30g 碘化钾和 20g 抗坏血酸于烧杯中，加水溶解，转移至 100mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

4.6 甲基异丁基甲酮。

4.7 镍、钴、硒、钒、锑、铈元素标准储备液：100 $\mu\text{g/mL}$ ，市售有证标准物质或用有证标准物质配制。

4.8 氙气：纯度大于 99.99%。

5 仪器设备

5.1 通常实验室仪器。

5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6 试验方法

6.1 样品制备

按相应产品标准中规定的步骤进行制备。

6.2 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

6.2.1 总镍、总钴、总硒、总钒、总锑试样溶液的制备

称取试样0.5~5g（精确至0.0001 g）于100mL烧杯中，用少量水润湿，加入15mL盐酸和5mL硝酸，盖上表面皿，在低温电热板上加热至沸，保持微沸15 min，稍微移开表面皿继续加热，使酸全部蒸发至近干涸，以赶尽硝酸。冷却后加入20mL盐酸溶液（4.4），加热溶解，冷却至室温后转移至100mL容量瓶中，用水定容，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液，待用。

6.2.2 总铈试样溶液的制备

称取试样5g（精确至0.0001 g）于100 mL烧杯中，用少量水润湿，加入15mL盐酸和5mL硝酸，盖上表面皿，在低温电热板上加热至沸，保持微沸15 min，若试料溶解清亮无残渣，按6.2.2.1进行；若试料不能完全溶解，按6.2.2.2进行。

6.2.2.1 稍微移开表面继续加热，使酸蒸发至近干涸。稍冷后加入 5 mL 盐酸溶液（4.4），并加热使残渣溶解。冷却至室温，转移至 25 mL 比色管中，控制溶液体积约 15 mL。加入 3 mL 碘化钾-抗坏血酸溶液，摇匀，加入 5 mL 甲基异丁基甲酮，振荡萃取 2 min，静置 15 min 后，用滴管小心取出大部分有机相置于 50 mL 烧杯中，按照同样操作各加入 4 mL 甲基异丁基甲酮继续萃取 2 次，合并有机相，将烧杯置于沸水浴上蒸干。向烧杯中加入 5 mL 硝酸，在电热板上加热消解并蒸发至溶液体积小于 1 mL（溶液不能蒸干），冷却至室温，转移至 10 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，待用。若试液浑浊，于测定前过滤。

6.2.2.2 稍微移开表面皿继续加热，待溶液约为10mL时，取下，冷却，转移至50mL容量瓶中，定容，混匀，干过滤，弃去前10mL滤液。准确移取20mL滤液于50mL比色管中，以下按照6.2.2.1中“加入3 mL 碘化钾-抗坏血酸溶液.....”进行

6.3 空白溶液的制备

除不加试样外，其它步骤同试样溶液的制备。

6.4 工作标准溶液的配制

取适量各元素的标准储备液，经逐级稀释并用10%硝酸溶液（4.2）定容，按表1配制混合离子标准溶液系列。

表1 混合离子标准溶液浓度（单位为微克每毫升 $\mu\text{g/mL}$ ）

元素	镍	钴	硒	钒	锑	铊
标0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
标1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
标2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
标3	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
标4	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

注：可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

6.5 测定

进行测定前，根据待测元素性质，参照仪器操作说明书，进行最佳工作条件选择。在选定的仪器工作条件下，按照浓度由低至高依次测定标准溶液系列，绘制标准曲线。同样条件下测量空白溶液和样品溶液。根据标准曲线，仪器给出样品溶液中待测元素的浓度值。

6.6 分析结果的表述

各元素含量 ω ，以质量分数计，数值以毫克每千克（ mg/kg ）表示，按式1计算：

$$\omega = \frac{(c_0 - c) \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——试样溶液中被测元素的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白溶液中被测元素的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——测定时试样溶液的体积的数值，单位为毫升（ mL ）；

D ——测定时试样溶液的稀释倍数的数值；

m ——试料的质量的数值，单位为克（ g ）。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.7 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于30%；

不同实验室测定结果的相对偏差不大于50%。

6.8 检出限

镍（Ni）：0.001 $\mu\text{g/mL}$ 。钴（Co）：0.001 $\mu\text{g/mL}$ 。硒（Se）：0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。钒（V）：0.001 $\mu\text{g/mL}$ 。锑（Sb）：0.01 $\mu\text{g/mL}$ 。铊（Tl）：0.004 $\mu\text{g/mL}$ 。

附 录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考和元素的推荐分析波长

A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考见表A.1。

表A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考

观测方式	入射功率W	载气流量mL/min	冷却气流量L/min
水平	1150	0.5	14
辅助气流量L/min	蠕动泵转速r/min	短波积分时间s	长波积分时间s
0.5	75	15	10

A.2 待测元素的推荐分析波长

待测元素推荐的分析波长见表A.2。

表A.2 待测元素推荐的分析波长

待测元素	推荐的分析波长/nm
镍	231.604, 221.647
钴	228.616, 237.862
硒	196.090, 203.985
钒	292.402, 309.311
铈	206.833, 217.589
铊	190.856