



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX
ISO 17318:2015

肥料和土壤调理剂
砷、镉、铬、铅、汞的测定

Fertilizers and soil conditioners -

Determination of arsenic, cadmium, chromium, lead and mercury contents

2019-5-27

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX

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

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准等同采用国际标准ISO 17318:2015肥料和土壤调理剂-砷、镉、铬、铅、汞含量的测定

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：上海化工研究院有限公司、上海化工院检测有限公司等

本标准主要起草人：

本标准为首次发布

肥料和土壤调理剂 砷、镉、铬、铅、汞的测定

1 范围

本标准规定了肥料中可溶于硝酸的砷、镉、铬、铅、汞测定的试验方法。

本标准适用于肥料中砷、镉、铬、铅、汞的测定；分析某些微量营养肥料时应特别注意本标准的适用性。

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。

ISO 3696 实验室分析用水—规范和试验方法

3 原理

试样中的砷、镉、铬、铅、汞采用加硝酸微波消化提取；消化后的溶液，用电感耦合等离子发射光谱法（ICP-OES）进行测定。测定铅、铬含量时，采用铟作为内标物。

注：推荐采用内标物，以纠正标准溶液与肥料消化液之间的溶液基质差异；任何其他有同等效果的、肥料样品中不含的物质均可作为内标物。

4 试剂

警告：硝酸具有腐蚀性和氧化性。相关操作应在通风橱中完成。本标准未指出所有可能的安全风险。实验人员有责任采取合适的安全和健康防护措施，并确保有关操作符合相关地区的法律法规。

试验过程中全部使用分析纯的化学试剂，以及符合ISO 3696 要求的三级水。

4.1 硝酸： $d=1.40\text{ g/ml}$ ，建议使用痕量元素级硝酸。

4.2 硝酸溶液：将1体积的硝酸加入到9体积的水中；

4.3 砷、镉、铬、铅、汞元素标准储备液：1000mg/L，有证标准物质；

4.4 铟标准储备溶液：1000mg/L。称取相当于0.2620g 纯硝酸铟 $[\text{In}(\text{NO}_3)_3]$ 的硝酸铟水合物 $[\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}]$ 于100mL 烧杯中，用硝酸溶液（4.2）溶解后定量转移至100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（4.2）稀释至刻度，混匀。

4.5 铟标准溶液：5 mg/L。取1000mg/L 铟标准储备溶液，用硝酸溶液（4.2）稀释至5 mg/L。

4.6 高纯氩气：含量 $\geq 99.999\%$

5 仪器和材料

通常实验室用仪器和

- 5.1 微波消解仪；
- 5.2 电感耦合等离子发射光谱仪 (ICP-OES)，带内标混合器。
- 5.3 试验筛，孔径为 0.50mm。

6 试验方法

6.1 试样制备

取代表性肥料实验室样品100g，研磨样品，直至样品颗粒均小于0.50mm，混匀，置于洁净、干燥的带盖瓶中。

6.2 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。
准确称取 1g 试样（精确至 0.1mg，含石灰质或有机质较多的肥料应适当减少称样量），将试样转移至消化容器内，防止试样粘在容器壁上。将容器置于通风橱中，加 10 毫升硝酸（4.1），在室温下预消化直到剧烈气泡消退；密封容器，然后放入微波消解仪中。
参照仪器使用说明书，设置升温程序，在10分钟内调节温度缓慢的从室温上升到160° C，在第二个10min内保持温度在160℃。完成消化后冷却至室温，将消化液转移到100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初几毫升滤液，待用。

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（4.3），经稀释并用硝酸溶液（4.2）定容，按表1配制混合离子标准溶液系列。

表1 混合多元素标准溶液的典型浓度（mg/l）

元素 标液	As	Cd	Cr	Pb	Hg
No.0	0	0	0	0	0
No.1	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
No.2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
No.3	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
No.4	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
No.5	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0

注：对于不同类型的仪器，标准溶液的浓度可能会有所不同。

6.5 砷、镉、铅、铬、汞的电感耦合等离子发射光谱法测定

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。推荐的ICP操作条件列在表2中。其他可以达到相同测试结果的条件也可以使用。

表2 推荐的 ICP 操作条件

波长	As 189,042nm, Cd 228,802nm, Pb 220,353nm, Cr 283,563nm, Hg 184,950nm, In 230,606nm.
最长积分时间	低波长范围: 10 秒; 高波长范围: 10 秒
样品泵的冲刷速度	50 转/分钟
样品泵的分析速度	50 转/分钟
样品泵稳定时间	5 秒
光源	射频, 功率为 1150w
辅助气流速	0.5 l/min
雾化室内气体流速	0.5 l/min

注: 应特别注意 ICP 仪器的波长分辨率, 如适用, 建议使用第二或第三波长进行确认。

将上述工作标准溶液系列 (6.4)、空白溶液 (6.3) 和试样溶液 (6.2) 依次进行测定; 当测定铅、铬含量时, 以 5 mg/L 的钢内标溶液 (4.5) 作为内标物, 由内标混合器控制内标液和试样溶液以体积比 1: 5 的比例混合后再测定。如试样溶液中被测元素浓度超出标准曲线浓度范围, 应将试样溶液用硝酸溶液 (4.2) 稀释一定倍数后再进行测定。

6.6 分析结果的表示

各元素测定结果按式 (1) 计算, 单位为毫克每千克 (mg/kg)

$$X = \frac{(c - c_0) \times 100 \times D}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c —— 试样溶液中被测元素的浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

c_0 —— 空白溶液中被测元素的浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

100 —— 试样溶液总体积的数值, 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)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7 精密度

7.1 重复性

元素	As	Cd	Cr	Pb	Hg
重复性限 r mg/kg	$0,227 \times 0,621$	$0,173 \times 0,5862$	$0,145 \times 0,7552$	$0,100 \times 0,8499$	$0,252 \times 0,5824$

7.2 再现性

元素	As	Cd	Cr	Pb	Hg
再现性限 R mg/kg	$0,316 \times 0,809$	$0,048 \times 1,1167$	$1,017 \times 0,5219$	$0,499 \times 0,6432$	$0,374 \times 0,7715$