



中华人民共和国国家标准

GB/TXXXXX—XXXX

肥料中石油烃总量的测定 红外吸收光谱法

Determination of total petroleum hydrocarbons in fertilizers
Infrared absorption spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(送审稿)

2025-04-29

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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》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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC 105）归口。

本文件起草单位：云南省化工产品质量监督检验站、上海化工院检测有限公司、云南云天化股份有限公司、山东省产品质量检验研究院、贵州省产品质量检验检测院等。

本文件主要起草人：

肥料中石油烃总量的测定 红外吸收光谱法

警示：实验中所用的四氯乙烯具有毒性，对人体健康有害，标准溶液配制、测定过程应在通风橱内进行，操作时应按照规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了用红外吸收光谱法测定肥料中石油烃总量的方法。

本文件适用于肥料中石油烃总量的测定。

当称样量为5g，提取液为100mL，使用50mm比色皿时，方法检出限为0.003%，测定下限为0.012%。

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 38400-2019 肥料中有毒有害物质的限量要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

肥料 fertilizer

用于提供、保持或改善植物营养和土壤物理、化学性能以及生物活性，能提高农产品产量，或改善农产品品质，或增强植物抗逆性的有机、无机、微生物及其混合物料。

[来源：GB 38400-2019, 定义3.1]

3.2

石油烃 petroleum hydrocarbons

在本文件给出的条件下，能够被四氯乙烯提取且不被硅酸镁吸附，在波数 2930cm^{-1} 、 2960cm^{-1} 、 3030cm^{-1} 全部或部分谱带处有特征吸收的物质。

4 方法提要

样品用四氯乙烯提取，用硅酸镁吸附除去动植物油类等极性物质后，测定波数 2930cm^{-1} (CH_2 基团中C—H键的伸缩振动)， 2960cm^{-1} (CH_3 基团中C—H键的伸缩振动)和 3030cm^{-1} (芳香环中C—H键的伸缩振动)处的红外吸收峰，对照标准曲线，计算样品中的石油烃总量。

5 试验条件

5.1 实验室温度宜控制在 $18^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ ，并保持恒温。

5.2 实验室相对湿度宜保持在 $30\%\sim 60\%$ 。

6 试剂或材料

6.1 四氯乙烯，红外专用。

6.2 石油类标准溶液 1， $\rho=10000\mu\text{g/mL}$ ，市售有证标准物质或用有证标准物质配制。

以纯度经准确定值的正十六烷、异辛烷、苯，按65:25:10的比例，用红外专用四氯乙烯为溶剂配制。

6.3 石油类标准溶液 2， $\rho=1000\mu\text{g/mL}$ ，市售有证标准物质或用有证标准物质配制。

以纯度经准确定值的正十六烷、异辛烷、苯，按65:25:10的比例，用红外专用四氯乙烯为溶剂配制。

6.4 硅镁型吸附剂 (MgSiO_3)，150~250 μm 。

取硅酸镁于瓷蒸发皿中，置于马弗炉内 550℃加热4h，稍冷后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器内贮存待用。

6.5 无水硫酸钠，分析纯。

取无水硫酸钠于瓷蒸发皿中，置于马弗炉内 550℃加热4h，稍冷后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器内贮存待用。

6.6 玻璃纤维滤膜，0.45 μm ，直径约 100mm。

置于马弗炉内 550℃加热4h，稍冷后置于干燥器内贮存。

7 仪器设备

7.1 通常实验室玻璃仪器。

7.2 水平振荡器，往复式或回旋式，振荡频率 0~200 次/min。

7.3 红外光谱仪，扫描性或固定波长型。

7.4 比色皿，10mm、50mm 规格，氯化钠或 IR 级玻璃。

7.5 量筒，100mL，分度值 0.1mL。

8 样品

按相应的产品标准进行制备。

9 试验步骤

9.1 工作曲线绘制

9.1.1 通则

根据样品中石油烃的总量，选择适当浓度的工作标准溶液配制不同系列标准溶液，并根据浓度选择合适大小的比色皿。以标准溶液浓度值为横坐标，峰面积（或峰高）为纵坐标，绘制工作曲线。

表1给出了不同浓度范围工作曲线相关参数和信息。各浓度范围在2930 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 和3030 cm^{-1} 附近特征区域的谱图见附录A。

表1 不同浓度范围的工作曲线

标准系列	石油烃总量质量浓度范围 $\mu\text{g/mL}$ （提取液）	比色皿，mm	背景	波数特征区域 cm^{-1}	线性系数
1	50~500	10	C_2Cl_4	2930, 2960, 3030	≥ 0.995
2	0.5~100	50	C_2Cl_4		≥ 0.995
a 每条校准系列浓度范围可根据不同仪器灵敏度及样品溶液的浓度调整。 b 为了更精确地测定，可将每个系列进一步细分成不同浓度范围的曲线，每条曲线至少配制 5 个不同浓度标准溶液。 c 工作曲线绘制时，可采用峰面积或峰高积分，选择两点基线，即先选择两个吸光度较小的点，然后连接 2 个点作为基线。					

9.1.2 标准系列 1 的配制

按表2所示，分别取0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50mL石油类标准溶液1（6.2）至6个50mL容量瓶中，用四氯乙烯稀释至刻度，配制成50 $\mu\text{g/mL}$ ~500 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的标准系列1。

表2 标准溶液系列 1 的配制

石油类标准溶液体积/mL		0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50
工作曲线浓度/ $\mu\text{g/mL}$		50.0	100.0	200.0	300.0	400.0	500.0
工作曲线对应各物质溶液浓度/ $\mu\text{g/mL}$	正十六烷	32.5	65.0	130.0	195.0	260.0	325.0
	异辛烷	12.5	25.0	50.0	75.0	100.0	125.0
	苯	5.0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0

注：可根据不同仪器灵敏度及样品溶液的浓度调整标准曲线的质量浓度，至少配制5个不同浓度标准溶液。

9.1.3 标准系列 2 的配制

按表 3 所示，分别取 0.05、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、8.0、10.0mL 石油类标准溶液 2（6.3）至 8 个 100mL 容量瓶中，用四氯乙烯稀释至刻度，配制成 0.5 $\mu\text{g/mL}$ ~100 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的标准系列 2。

表3 标准溶液系列 2 的配制

石油类标准液体积/mL		0.05	0.2	0.5	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0
工作曲线浓度 $\mu\text{g/mL}$		0.5	2.0	5.0	10.0	20.0	50.0	80.0	100.0
工作曲线对应各物质溶液浓度/ $\mu\text{g/mL}$	正十六烷	0.325	1.30	3.25	6.50	13.0	32.50	52.00	65.00
	异辛烷	0.125	0.50	1.25	2.50	5.00	12.50	20.00	25.00
	苯	0.05	0.20	0.50	1.00	2.00	5.00	8.00	10.00

注：可根据不同仪器灵敏度及样品溶液的浓度调整标准曲线的质量浓度，至少配制5个不同浓度标准溶液。

9.1.4 仪器准备

- 9.1.4.1 确认仪器的湿度指示处于正常状态。
- 9.1.4.2 按照仪器说明书启动仪器直至状态稳定。
- 9.1.4.3 比色皿应干燥洁净，使用前用四氯乙烯润洗 3 次。

9.1.5 编辑方法

9.1.5.1 根据表1～表3，通过仪器软件对曲线的参数进行编辑。

9.1.5.2 选择合适的基线点，在特征光谱区域内，采用峰面积或峰高积分。

9.1.6 光谱背景

本试验通过扫描四氯乙烯作为光谱背景。

9.1.7 石油烃总量标准溶液谱图

选定适当的浓度系列及比色皿后，按照标准溶液浓度由低至高顺序，分别将溶液倒入比色皿中，立即扫描并获得谱图。重复上述操作步骤，获取所有标准溶液的谱图。

每条工作曲线至少包含5个不同浓度的点。每个浓度点至少测定3次，每次3平行，并获取3平行的平均谱图。

9.1.8 绘制不同浓度范围的工作曲线

根据表1～表3石油烃总量标准溶液浓度范围和其他要求，绘制石油烃总量浓度与峰面积（或峰高）相关的工作曲线。

工作曲线的线性相关系数应满足表1规定的要求。

9.2 样品测定

9.2.1 试样溶液的制备

准确称取3～5g（精确至0.0002g）制备好的肥料样品，置于预先装有3g无水硫酸钠、5g硅酸镁的250mL锥形瓶中，用量筒准确加入100.0mL四氯乙烯试剂，盖紧瓶塞，置于水平振荡器上振荡30min（振荡频率150～200次/min），取下，用玻璃纤维滤膜将溶液过滤至100mL比色管中，此为待测定溶液。

9.2.2 空白溶液的制备

除不加试样外，其他步骤同试样溶液的制备。

9.2.3 测定

按照9.1.4～9.1.7的步骤，对试样溶液及空白溶液进行测定，获取试样溶液及空白溶液的谱图。根据工作曲线，计算出样品溶液中石油烃总量的浓度值。

10 试验数据处理

样品中石油烃总量 ω_1 ，以质量分数计，数值用%表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{(c-c_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中： c ——提取液中石油烃的浓度，单位为微克每毫升， $\mu\text{g/mL}$ ；

c_0 ——空白溶液中石油烃的浓度，单位为微克每毫升， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——提取液体积，单位为毫升， mL ；

m ——样品质量，单位为克， g 。

计算结果表示到小数点后三位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

11 允许差

石油烃总量测定的允许差应符合表4的要求。

表4 石油烃总量测定的允许差

石油烃总量 ω_1 /%	$\omega_1 < 0.1$	$\omega_1 \geq 0.1$
平行测定结果的相对差值/%	10%	5%
不同实验室测定结果的相对差值/%	50%	20%

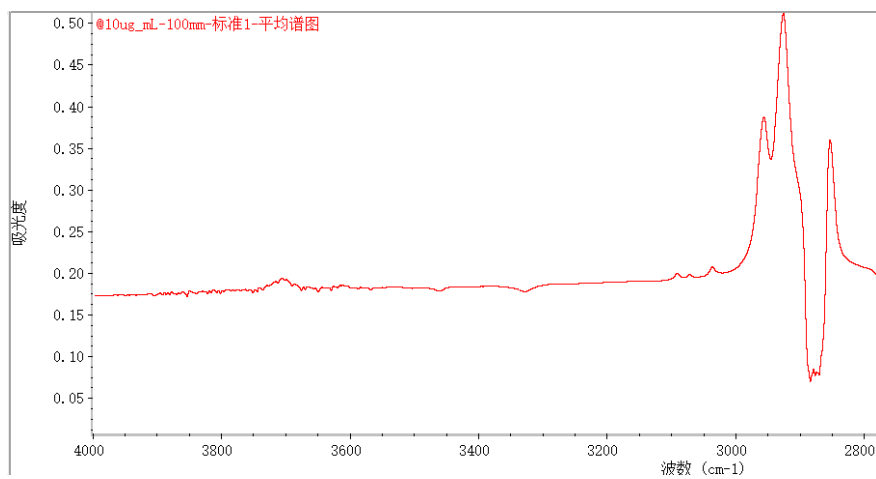
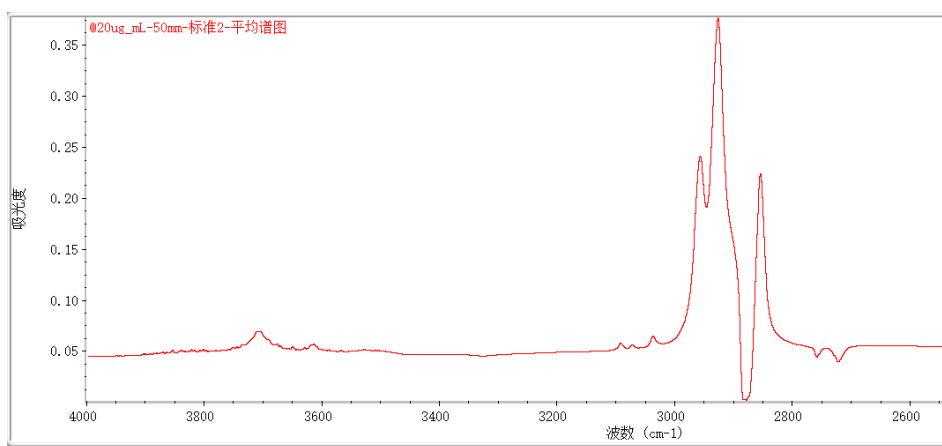
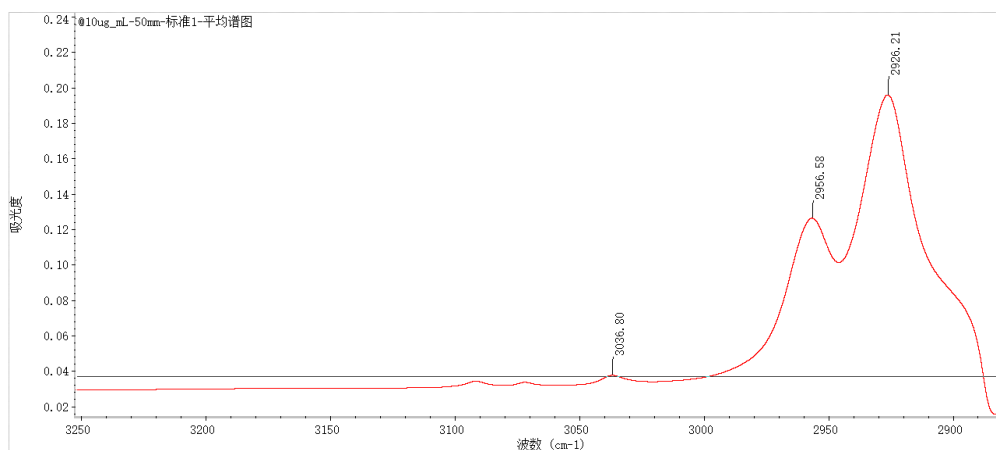
12 废物处理

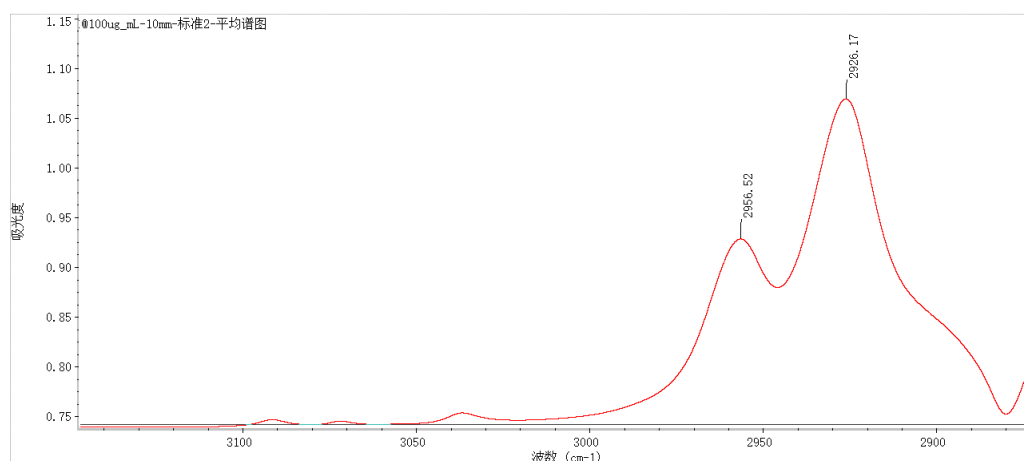
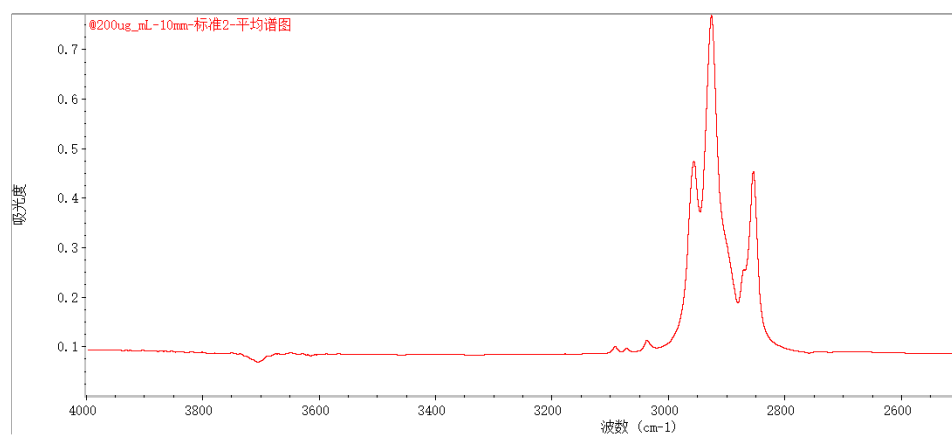
四氯乙烯废液应集中存放于密闭容器中，做好相应标识，委托有资质的单位进行处理。

13 注意事项

- 13.1 样品测定与标准曲线绘制所使用的四氯乙烯应是同一批次。
- 13.2 样品制备过程中应远离有机气体，使用的所有工具都应干燥洁净。
- 13.3 所有使用完的器皿应置于通风橱内挥发完后清洗。

附录 A
(资料性附录)
推荐的典型谱图特征区域





附 录 B

(资料性附录)

方法检出限及测定下限的确定方法

B.1 检出限

B.1.1 空白试验中检测出目标物

按照样品分析的全部步骤，重复n (n≥7) 次空白试验，将各测定结果换算为样品中的浓度或含量，计算n次平行测定的标准偏差，按式B.1计算检出限。

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \dots\dots\dots B.1$$

式中：MDL——检出限, 单位为微克每毫升，μg/mL；
n——样品的平行测定次数；
t——自由度为n-1，置信度为99%时的t分布值(单侧)；
S——n次平行测定的标准偏差。
其中，当自由度为n-1，置信度为99%时的t值可参考表B.1取值。

表 B.1 t 值表

平行测定次数 (n)	自由度 (n-1)	t _(n-1,0.99)
7	6	3.143
8	7	2.998
9	8	2.896
10	9	2.821
11	10	2.764
16	15	2.602
21	20	2.528

B.1.2 空白试验中未检测出目标物

按照样品分析的全部步骤，对浓度值或含量为估计方法检出限值3~5倍的样品进行n (n≥7) 次平行测定。计算n次平行测定的标准偏差，按式B.1计算检出限。

B.2 方法检出限

当称样量为5g，提取液为100.0mL，使用50mm比色皿时，本方法检出限X_{MDL}，以%表示，按式B.2计算。

$$X_{MDL} = \frac{MDL \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots B.2$$

式中：MDL——检出限，单位为微克每毫升，μg/mL；
V——样品提取液体积，单位为毫升，mL；
m——样品质量，单位为克，g。

B.3 方法测定下限

测定下限X_{RQL}，以4倍的样品检出限作为测定下限，以%表示。