

ICS 65.080

B 10

中华人民共和国国家质量监督
检验检疫总局备案号：52102-2016

DB53

云南省地方标准

DB53/T 793—2016

肥料中砷、镉、钴、铬、铜、汞、锰、镍、
铅、铈和锌含量的测定 电感耦合等离子体
发射光谱法（ICP-OES）

2016 - 09 - 10 发布

2016 - 12 - 01 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由大理州质量技术监督综合检测中心提出。

本标准由云南省检验检测标准化技术委员会（YNTC17）归口。

本标准起草单位：大理州质量技术监督综合检测中心。

本标准主要起草人：郭启新、舒平、张蕾、狄家卫、甘献明、赵浩军。

肥料中砷、镉、钴、铬、铜、汞、锰、镍、铅、铈和锌含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）

警示—硝酸铵等铵态氮肥在高温高压下易爆，应低温缓慢溶解制备待测溶液。本标准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措施。

1 范围

本标准规定了肥料中砷、镉、钴、铬、铜、汞、锰、镍、铅、铈和锌含量的电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）测定方法。

本标准适用于肥料中砷、镉、钴、铬、铜、汞、锰、镍、铅、铈和锌含量的测定，不适用于微量元素肥料中铜、锰、锌的测定。

本标准按照取样0.5 g，定容50 mL，各元素的检出限（mg/kg）：砷 1.0；镉 0.5；钴 1.5；锌 0.5；铜 0.4；汞 0.6；铬 1.0；锰 0.5；镍 1.0；铅 1.5；铈 1.0。

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 原理

试样经酸消解处理，溶液中的砷等元素在ICP光源中获得能量并被激发至高能态，从高能态跃迁至低能态时产生具有特征波长的电磁强度，强度与溶液中浓度呈正比，采用外标法进行定量。

4 试剂与材料

除非另有说明，所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的二级水。

4.1 王水（盐酸+硝酸=3+1），现配。

4.2 盐酸溶液（1+1）。

4.3 盐酸溶液（0.5 mol/L）。

4.4 砷、镉、钴、铬、铜、汞、锰、镍、铅、铈和锌元素的标准溶液（质量浓度均为1000 μg/mL）。

4.5 氩气（纯度≥99.99%）。

5 仪器与设备

所使用的玻璃器皿均以盐酸：水为1:9（V:V）溶液浸泡12小时以上，用去离子水冲洗晾干或烘干，方可使用。

DB53/T 793—2016

- 5.1 分析天平：感量 0.0001 g。
- 5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。
- 5.3 微波消解系统。
- 5.4 不锈钢材质粉碎机：30~300 目。
- 5.5 研钵器或研钵。
- 5.6 可调式电热板。
- 5.7 标准筛：孔径为 0.5 mm，1.0 mm，带底盘和筛盖。

6 试验步骤

6.1 实验室样品制备与保存

按相应产品标准制备、保存实验室样品。

6.2 待测溶液制备

6.2.1 样品处理方法选择

无机肥料、有机肥料和有机-无机复混（合）肥采用湿法消解方法处理样品；含有机物质和腐植酸肥料采用微波消解方法处理样品。

6.2.2 湿法消解

称取试样 0.5~1 g（准确至 0.1 mg）于高型烧杯中，至少 2 个平行样。加入 15~30 mL 王水（4.1），盖上表面皿（含腐植酸或有机物质的肥料浸泡 1 h 以上），于可调电热板上保持微沸，消解至近干，取下冷却，加入 5 mL 盐酸溶液（4.2）溶解，用少量水冲洗三次，定容 50 mL 容量瓶中，混匀静置后过滤，待测。同时做试剂空白。对肥料中含量较高的铜、锌、锰 3 种元素，应将待测液按一定比例稀释后再测定。

6.2.3 微波消解

称取有机肥料或有机-无机复混肥料 0.2~0.5 g（准确至 0.1 mg）于微波消解罐中，至少 2 个平行样。用少许水将罐壁内侧试样冲洗至罐底，加入 8 mL 王水（4.1），过夜，摇匀，将密封消解罐拧紧，放入微波消解仪中，参照附录 A.1 的程序进行微波消解。取出，冷却至室温，打开消解罐安全阀，将内盖与罐壁的液体用水冲入底部，转入 25 mL 容量瓶中用水定容至刻度，混匀作为测试液。必要时过滤，同时做试剂空白。

6.3 标准曲线的配制

标准系列 I：准确移取砷、汞、镉、钴单元素标准溶液（4.4）10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（4.3）定容至刻度，浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

标准系列 II：准确移取铅、铬、铈、镍单元素标准溶液（4.4）10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（4.3）定容至刻度，浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

参照附录 B.1 中浓度，分别移取标准系列 I，标准系列 II，铜、锌和锰单元素标准溶液（4.4）于 6 个 100 mL 容量瓶中，以盐酸溶液（4.3）定容至刻度。

6.4 测定

6.4.1 仪器参考工作条件

仪器参考工作条件:

- 观测方式: 轴向
- RF功率: 1250 W;
- 雾化器气体流量: 0.55 L/min;
- 辅助气流量: 0.5 L/min;
- 雾化气流压力: 0.25 MPa;
- 蠕动泵转速: 50 rpm。

6.4.2 推荐元素波长

推荐元素波长参见附录C.1。

6.4.3 标准工作曲线的测定

按仪器操作规程, 设置仪器的最佳分析条件, 待仪器稳定后, 根据待测元素含量按顺序测定标准系列溶液C₁~C₆各元素光谱强度, 绘制校准曲线。

6.4.4 样品测定

按标准溶液相同条件, 测定空白溶液和试样溶液中各待测元素的光谱强度, 从工作曲线上计算相应组分的浓度, 对于元素含量超出标准曲线浓度范围的样品, 稀释后测定。

7 结果计算

所测元素含量结果按公式(1)计算, 单位为(mg/kg):

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

式中:

c ——被测元素含量, mg/kg;

c_i ——被测试液中各元素的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_0 ——被测空白溶液中各元素的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——被测试液的体积, mL;

f ——稀释倍数;

m ——试样质量, g。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

附录 A
(资料性附录)
微波消解程序

表A.1 微波消解程序

| 步骤 | 功率 w | 时间 min | 温度 ℃ | 保留时间 min |
|------|---------|-----------|---------|-------------|
| 升温 1 | 800 | 7 | 120 | 30 |
| 升温 2 | 800 | 5 | 160 | 20 |
| 升温 3 | 800 | 5 | 190 | 40 |
| 降温 4 | - | 20 | 室温 | - |



附 录 B
(资料性附录)
标准溶液浓度

表B.1 标准溶液浓度

单位为微克每毫升

| 元素 | 标准系列溶液浓度 | | | | | |
|----|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| | C ₁ | C ₂ | C ₃ | C ₄ | C ₅ | C ₆ |
| 砷 | 0.00 | 0.05 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.80 |
| 镉 | 0.00 | 0.05 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.80 |
| 钴 | 0.00 | 0.05 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.80 |
| 铬 | 0.00 | 0.10 | 0.50 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |
| 铜 | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |
| 汞 | 0.00 | 0.05 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.80 |
| 锰 | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |
| 镍 | 0.00 | 0.10 | 0.50 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |
| 铅 | 0.00 | 0.10 | 0.50 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |
| 铈 | 0.00 | 0.10 | 0.50 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |
| 锌 | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 8.00 |

附录 C
(资料性附录)
元素分析谱线

表C.1 元素分析谱线

单位为纳米

| 元素 | 波长 | 元素 | 波长 | 元素 | 波长 |
|-------------------|---------------------------------|----|---------|----|---------|
| 砷 | 189.042 193.759 | 镉 | 214.438 | 钴 | 228.616 |
| 锌 | 213.856 | 铜 | 324.754 | 汞 | 184.950 |
| 铬 | 267.716 206.157 ^a | 锰 | 259.373 | 镍 | 231.604 |
| 铅 | 220.353 | 铈 | 206.833 | | |
| ^a 无机肥料 | | | | | |



