

ICS 65.160

B 10

中华人民共和国国家质量监督
检验检疫总局备案号：42260-2014

DB53

云南省地方标准

DB53/T 587—2014

有机肥中磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、
硼含量的测定
电感耦合等离子体发射光谱法

2014-04-30 发布

2014-07-01 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。

本标准由云南省烟草专卖局（公司）提出。

本标准由云南烟草标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：云南省烟草农业科学研究院。

本标准主要起草人：孔光辉、吴玉萍、卢秀萍、陈萍、李应金、赵立红、李薇、李海燕。

有机肥中磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定有机肥中磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼含量的方法。

本标准适用于有机肥中磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼的测定。

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，仅所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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

NY 525 有机肥料

3 原理

试样经王水消解后，试样溶液中的待测元素用电感耦合等离子体发射光谱仪检测，外标法定量。

4 试剂

4.1 实验用水为 GB/T 6682 规定的二级以上水。

4.2 硝酸（65%， $\rho=1.39$ g/mL）。

4.3 盐酸（36%~38%， $\rho=1.19$ g/mL）。

4.4 氩气（纯度 $\geq 99.99\%$ ）。

4.5 王水：用硝酸（4.2）和盐酸（4.3）按 $V_{\text{HNO}_3}:V_{\text{HCl}}=1:3$ 配制王水。

4.6 磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼标准储备溶液：钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼采用国家标准试剂（GBW），或按 GB/T 602 方法配制，浓度均为 1 000 mg/L，置于（4±1）℃的冰箱中保存，有效期 1 年。磷采用国家标准试剂（GBW），或称取 4.2635 g 磷酸氢二铵，溶于 100 mL~200 mL 水中，移入 1 L 容量瓶中定容后摇匀，浓度为 1 000 mg/L，置于（4±1）℃的冰箱中保存，有效期 1 年。

4.7 磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼混合标准溶液：使用国家标准储备液（GBW），按照 GB/T 602 要求，用 2%的硝酸按表 1 的浓度逐级稀释得到不同浓度的磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼标准工作溶液，置于（4±1）℃的冰箱中保存，有效期 1 个月。

注：除非另有说明，所用化学试剂均为优级纯。

表1 混合标准溶液浓度 (mg/L)

元素	混合标准 1	混合标准 2	混合标准 3	混合标准 4	混合标准 5
钾, 钙	0.00	5.00	50.00	100.00	200.00
铁	0.00	2.00	20.00	40.00	80.00
镁	0.00	1.00	10.00	20.00	40.00
磷	0.00	1.50	15.00	30.00	60.00
硼, 铜, 锌	0.00	0.05	0.50	1.00	2.00
锰	0.00	0.10	1.00	2.00	4.00

5 仪器

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪, 仪器工作条件参见附录 A。
- 5.2 微波消解仪, 仪器工作条件参见附录 B。
- 5.3 分析天平, 感量为 0.1 mg。
- 5.4 可控温电热板。
- 5.5 赶酸仪, 温度可调。

6 分析步骤

6.1 样品的采集、制备

按 NY 525 取样。将风干的实验样品充分混匀后, 按四分法缩减至约 50 g 样品, 粉碎, 全部过筛 (Φ 0.25 mm), 混匀, 收集于样品瓶中, 备用。

6.2 样品水分测定

按 GB/T 8576 测定试样水分含量。

6.3 试样消解

6.3.1 方法一: 微波消解

称量 0.2 g 有机肥试样 (6.1), 置于微波消解罐中, 加入 2 mL 硝酸 (4.2)、6 mL 盐酸 (4.3), 轻摇、静置 30 min 后, 密封。按照预先设置的微波消解程序 (参见附录 B) 进行消解, 消解完成后, 取下冷却、泄压, 用少量水冲洗微波罐盖及内壁, 置于赶酸仪上, 于 120 °C 恒温赶酸, 蒸发液体至体积剩余约 2 mL, 加入 2 mL 硝酸 (4.2) 并摇匀, 继续加热至微沸后, 取下冷却至室温, 转移至 100 mL 聚乙烯容量瓶中, 用水定容, 混匀后待测。同时做空白试验。

6.3.2 方法二: 电热板湿法消解

称取 0.2 g 有机肥试样 (6.1), 置于 250 mL 石英锥形瓶, 加 15 mL 王水 (4.5), 轻摇, 加盖小漏斗, 放置过夜, 用电热板加热消解。消解程序为: 50 °C 保持 0.5 h, 升至 85 °C 保持 1 h, 再升至 110 °C 保持 3 h, 最后升至 200 °C, 于 200 °C 阶段用少量水冲洗锥形瓶内壁和小漏斗, 恒温蒸发液体至体积剩余约 2 mL, 加入 2 mL 硝酸 (4.2) 并摇匀, 继续加热至微沸后, 取下冷却至室温, 转移至 100 mL 聚乙烯容量瓶中, 用水定容, 混匀后待测。同时做空白试验。

6.4 样品测定

6.4.1 校准曲线

使用磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼混合标准溶液（4.7），参照附录 A 设置仪器工作参数。测定混合标准溶液，绘制校准曲线， r 不应小于 0.999。

6.4.2 测定

在 6.4.1 条件下，测定消解的有机肥试样溶液（6.3）中磷、钾、钙、镁、铁、铜、锰、锌、硼各元素浓度，计算有机肥试样中各元素质量分数（ x ）。

7 结果计算与表述

7.1 含量的计算

7.1.1 磷含量的计算

有机肥中磷的含量以五氧化二磷（ P_2O_5 ）的质量分数（%）表示，按（1）式计算：

$$P_2O_5(\%) = \frac{(c_1 - c_{01}) \times V \times 2.29}{10000 \times m \times (1 - w)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_1 一试样溶液中磷浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_{01} 一空白试液中磷浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V 一试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m 一有机肥风干样质量，单位为克（g）；

w 一风干试样水分含量；

2.29 一将磷（P）换算为五氧化二磷（ P_2O_5 ）的因数；

10000 一将 mg/kg 换算为质量分数的因数。

7.1.2 钾含量的计算

有机肥中钾的含量以氧化钾（ K_2O ）的质量分数（%）表示，按（2）式计算：

$$K_2O(\%) = \frac{(c_2 - c_{02}) \times V \times 1.20}{10000 \times m \times (1 - w)} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_2 一试样溶液中钾浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_{02} 一空白试液中钾浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V 一试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m 一有机肥风干样质量，单位为克（g）；

w 一风干试样水分含量；

1.20 一将钾（K）换算为氧化钾（ K_2O ）的因数；

10000 一将 mg/kg 换算为质量分数的因数。

7.1.3 钙、镁、铁含量的计算

有机肥中钙、镁、铁的含量按（3）式计算：

$$x_{\text{(钙、镁、铁)}} = \frac{(c_3 - c_{03}) \times V}{1000 \times m \times (1 - w)} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X_{\text{(钙、镁、铁)}}$ — 有机肥中钙、镁、铁含量，单位为克每千克（g/kg）；

c_3 — 试样溶液中钙、镁、铁浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_{03} — 空白试液中钙、镁、铁浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V — 试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m — 有机肥试样质量，单位为克（g）；

w — 风干试样水分含量；

1000 — 将 mg/kg 换算为 g/kg 的因数。

7.1.4 铜、锰、锌、硼含量的计算

有机肥中铜、锰、锌、硼的含量按（4）式计算：

$$x_{\text{(铜、锰、锌、硼)}} = \frac{(c_4 - c_{04}) \times V}{m \times (1 - w)} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$X_{\text{(铜、锰、锌、硼)}}$ — 有机肥中铜、锰、锌、硼含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_4 — 试样溶液中铜、锰、锌、硼浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_{04} — 空白试液中铜、锰、锌、硼浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V — 试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m — 有机肥试样质量，单位为克（g）；

w — 风干试样水分含量。

7.2 结果的表述

以两次平行测定的平均值为测定结果，磷、钾、钙、镁、铁结果保留至两位小数，两次平行测定结果之间的相对偏差不应大于 5.0%；铜、锰、锌、硼结果保留至一位小数，两次平行测定结果之间的相对偏差不应大于 10.0%。

8 检出限、精密度、回收率和再现性

本方法的检出限、精密度、回收率和再现性实验结果参见附录 C。

附 录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP) 工作参数

A.1 表A.1 给出了电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP) 的工作参数。

表A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP) 的工作参数

名称	参数
雾化器流量 Neb (L/min)	0.55
辅助气流量 Aux (L/min)	0.2
等离子气体流量 Plasma (L/min)	15
功率 Power (Watts)	1300
观测距离 View Dist	15.0
延迟时间 Delay time (Sec)	35
积分时间	自动
重复次数 Replicates	3
泵流量 (mL/min)	1.50

A.2 表A.2 给出了测定元素选择的谱线。

表A.2 元素谱线选择

测定元素	谱线 Wavelength (nm)
磷	213.617
钾	766.490
钙	317.933
镁	285.213
铁	238.204
铜	327.393
锰	257.610
锌	206.200
硼	249.772

附录 B
(资料性附录)
微波消解仪的工作条件

表B.1 给出了微波消解仪的工作条件。

表B.1 微波消解仪工作条件

阶段	温度范围 (°C)	功率 (W)
1 (升高温度)	室温~130	900
2 (保持温度)	130	900
3 (降低温度)	130~室温	0



附录 C

(资料性附录)

检出限、精密度、回收率和再现性

C.1 表C.1 给出了本方法的检出限、精密度和回收率试验结果。

表C.1 方法的检出限、精密度和回收率试验结果

元素	线性范围 mg/L	相关系数 r	检出限 mg/g	定量限 mg/g	精密度 n=6, RSD%	背景值 mg/L	加入量 mg/L	测定值 mg/L	回收率 %	平均回收 率%
磷	0~80	0.999924	0.004	0.01	3.88	21.19	17.25	37.77	96.12	100.82
							29.91	52.12	103.41	
							42.36	64.79	102.93	
钾	0~200	0.999952	0.07	0.2	2.60	31.83	33.95	64.77	97.03	100.51
							58.84	91.46	101.34	
							83.88	118.37	103.17	
钙	0~200	0.999868	0.001	0.004	4.32	65.78	35.87	102.51	102.40	102.21
							62.17	130.54	104.17	
							89.27	155.12	100.08	
镁	0~60	0.999995	0.0007	0.002	4.81	11.04	16.10	26.40	95.40	97.19
							26.84	37.98	100.37	
							38.43	47.85	95.78	
铁	0~100	0.999848	0.003	0.01	1.89	9.97	34.07	41.61	92.87	96.95
							58.01	68.80	101.41	
							83.80	90.90	96.58	
铜	0~2	0.999852	0.0008	0.003	9.56	0.086	0.056	0.140	96.43	97.33
							0.101	0.179	92.08	
							0.144	0.235	103.47	
锰	0~4	0.999846	0.0009	0.003	1.86	0.444	0.434	0.893	103.46	103.59
							0.752	1.240	105.85	
							1.093	1.553	101.46	
锌	0~2	0.999809	0.0005	0.002	2.97	0.179	0.085	0.261	96.47	96.94
							0.159	0.323	90.57	
							0.212	0.399	103.77	
硼	0~2	0.999896	0.0007	0.002	2.67	0.061	0.172	0.231	98.84	99.04
							0.318	0.377	99.37	
							0.457	0.513	98.91	

C.2 表C.2 给出了本方法在 5 个实验室的再现性试验结果。

表C.2 方法的再现性试验结果 (mg/g)

元素	样号	1#实验室	2#实验室	3#实验室	4#实验室	5#实验室	平均值	RSD(%)
磷	1#	8.70	9.27	10.30	10.30	10.37	9.79	7.77
	2#	13.80	12.61	14.00	14.40	14.15	13.79	5.05
	3#	10.00	10.13	11.50	13.50	10.82	11.19	12.72
	4#	13.80	12.33	14.50	15.20	13.73	13.91	7.67
钾	1#	14.50	15.04	14.60	13.40	15.81	14.67	5.98
	2#	50.30	52.88	49.60	44.30	54.04	50.22	7.52
	3#	20.30	21.95	20.20	18.00	22.35	20.56	8.38
	4#	20.40	24.04	23.20	22.00	24.39	22.81	7.15
钙	1#	30.80	29.67	32.00	30.00	33.95	31.28	5.56
	2#	21.20	18.93	19.10	17.30	20.69	19.44	7.97
	3#	17.70	16.19	17.70	17.50	19.59	17.74	6.84
	4#	34.40	35.26	36.30	33.00	39.69	35.73	7.06
镁	1#	4.80	5.01	5.30	5.06	5.56	5.15	5.67
	2#	4.20	4.21	4.40	3.95	4.65	4.28	6.08
	3#	7.30	9.04	9.40	8.91	9.90	8.91	10.98
	4#	6.10	6.71	6.80	6.67	7.01	6.66	5.08
铁	1#	3.80	4.15	4.40	3.58	4.27	4.04	8.43
	2#	10.10	9.20	9.20	8.40	9.92	9.36	7.23
	3#	25.00	26.00	26.70	27.00	28.50	26.64	4.86
	4#	6.90	8.08	8.22	7.14	8.15	7.70	8.14
铜	1#	0.030	0.041	0.038	0.028	0.037	0.035	15.92
	2#	0.022	0.024	0.021	0.020	0.022	0.022	6.80
	3#	0.249	0.292	0.299	0.287	0.307	0.287	7.82
	4#	0.047	0.045	0.044	0.034	0.043	0.043	11.81
锰	1#	0.180	0.187	0.196	0.183	0.208	0.191	5.95
	2#	0.203	0.200	0.201	0.179	0.221	0.201	7.42
	3#	0.491	0.549	0.561	0.557	0.602	0.552	7.21
	4#	0.205	0.228	0.235	0.222	0.247	0.227	6.86
锌	1#	0.072	0.053	0.088	0.084	0.071	0.074	18.59
	2#	0.048	0.054	0.052	0.051	0.057	0.052	6.42
	3#	0.336	0.304	0.390	0.412	0.392	0.367	12.27
	4#	0.076	0.113	0.095	0.095	0.095	0.095	13.80
硼	1#	0.042	0.039	0.032		0.036	0.037	11.47
	2#	0.024	0.028	0.028	0.018	0.033	0.026	21.32
	3#	0.039	0.057	0.050	0.046	0.051	0.049	13.70
	4#	0.018	0.019	0.025	0.014	0.020	0.019	20.64

