

## 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1978—2010

---

### 肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

Fertilizers—Determination of mercury, arsenic,  
cadmium, lead and chromium content

2010-12-23 发布

2011-02-01 实施

---



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准遵照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是对 NY 1110—2006《水溶肥料汞、砷、镉、铅、铬的限量及其含量测定》附录的修订。

本版与原标准附录的主要差异是：

- 将原标准附录部分转变为本标准正文；
- 增加了汞、砷含量单独测定的试验方法；
- 增加了镉、铅、铬含量测定等离子体发射光谱法的试验方法。

本标准自实施之日起，同时代替 NY 1110—2006 附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心（北京）、农业部肥料质量监督检验中心（成都）、农业部肥料质量监督检验测试中心（济南）。

本标准主要起草人：孙又宁、范洪黎、张跃、保万魁、宋文琪、赵建忠。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- NY 1110—2006《水溶肥料汞、砷、镉、铅、铬的限量及其含量测定》附录。

## 肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

### 1 范围

本标准规定了肥料中汞、砷、镉、铅、铬含量的测定方法。

本标准适用于液体或固体肥料中汞、砷、镉、铅、铬含量的测定。

本标准附录 A 规定了液体或固体肥料中汞、砷含量同时测定的试验方法,适合于二者浓度差不大于 1 000 倍的样品。

本标准附录 B 规定了液体或固体肥料中镉、铅、铬含量同时测定的试验方法。

### 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 7686 化工产品中砷含量测定的通用方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

### 3 汞含量的测定 原子荧光光谱法

#### 3.1 原理

在酸性介质中,硼氢化钾可将经消解的试样中汞还原成原子态汞,后由氩气载入石英原子化器中,在特制的汞空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,利用荧光强度在特定条件下与被测液中的汞浓度成正比的特性,对汞进行测定。

#### 3.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

3.2.1 盐酸,优级纯。

3.2.2 硝酸,优级纯。

3.2.3 王水:将盐酸(3.2.1)与硝酸(3.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

3.2.4 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=3\%$ 。

3.2.5 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$ 。

3.2.6 硝酸溶液: $\varphi(\text{HNO}_3)=3\%$ 。

3.2.7 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=5\text{ g/L}$ 。

3.2.8 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=10\text{ g/L}$ 。称取硼氢化钾 5.0 g,溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(3.2.7)中,混匀(此溶液于冰箱中可保存 10 d,常温下应当日使用)。

3.2.9 重铬酸钾—硝酸溶液: $\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.5\text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 重铬酸钾溶解于 1 000 mL 硝酸溶液(3.2.6)中。

3.2.10 汞标准储备溶液: $\rho(\text{Hg})=1\ 000\ \mu\text{g/mL}$ 。

3.2.11 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=10\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 1 000  $\mu\text{g/mL}$  汞标准储备溶液(3.2.10)10.0 mL,用重铬酸钾—硝酸溶液(3.2.9)定容至 1 000 mL,混匀。

3.2.12 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=0.1\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 10  $\mu\text{g/mL}$  汞标准溶液(3.2.11)10.0 mL,用重铬酸

钾-硝酸溶液(3.2.9)定容至1000 mL,混匀。

3.3 仪器

3.3.1 通常实验室仪器。

3.3.2 原子荧光光度计,附有编码汞空心阴极灯。

3.3.3 电热板:温度在室温至250℃内可调。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约100 g,将其迅速研磨至全部通过0.50 mm孔径筛(如样品潮湿,可通过1.00 mm筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

3.4.2 试样溶液的制备

称取试样0.2 g~2 g(精确至0.000 1 g)于100 mL烧杯中,加入20 mL王水(3.2.3),盖上表面皿,于150℃~200℃可调电热板上消化(含腐植酸水溶肥料及含大量有机物质的肥料建议先浸泡过夜)30 min,取下冷却,过滤,滤液直接收集于50 mL容量瓶中。滤干后用少量水冲洗三次以上,合并于滤液中,加入3 mL盐酸溶液(3.2.5),用水定容,混匀待测。

3.4.3 工作曲线的绘制

吸取汞标准溶液(3.2.12)0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL于六个50 mL容量瓶中,加入3 mL盐酸溶液(3.2.5),用水定容,混匀。此标准系列溶液汞的质量浓度为:0 ng/mL、0.40 ng/mL、0.80 ng/mL、1.20 ng/mL、1.60 ng/mL、2.00 ng/mL。

根据原子荧光光度计使用说明书的要求,选择仪器的工作条件。

仪器参考条件:光电倍增管负高压270 V;汞空心阴极灯电流30 mA;原子化器温度200℃;高度8 mm;氩气流速400 mL/min;屏蔽气1000 mL/min;测量方式:荧光强度或浓度直读;读数方式:峰面积;积分时间:12 s。

以盐酸溶液(3.2.4)和硼氢化钾溶液(3.2.8)为载流,汞含量为0 ng/mL的标准溶液为参比,测定各标准溶液的荧光强度。

以各标准溶液汞的质量浓度(ng/mL)为横坐标,相应的荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定试样溶液的荧光强度,在工作曲线上查出相应汞的质量浓度(ng/mL)。

3.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

3.5 分析结果的表述

汞(Hg)的含量w以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液汞的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液汞的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

D——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试料的质量,单位为克(g);

$10^3$ ——将克换算成毫克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

### 3.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 1 的要求。

表 1

汞的质量分数,mg/kg	$0.2 \leq w < 2.5$	$2.5 \leq w \leq 4.0$	$w > 4.0$
相对相差,%	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$

注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 2 的要求。

表 2

汞的质量分数,mg/kg	$2.5 \leq w \leq 4.0$	$w > 4.0$
相对相差,%	$\leq 100$	$\leq 50$

### 3.7 与砷同时测定方法 原子荧光光谱法

按附录 A 的规定执行。

## 4 砷含量的测定

### 4.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

#### 4.1.1 原理

试样经消解后,加入硫脲使五价砷还原为三价砷。在酸性介质中,硼氢化钾使砷还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中,在特制的砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,利用荧光强度在特定条件下与被测液中的砷浓度成正比的特性对砷进行测定。

#### 4.1.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.1.2.1 盐酸,优级纯。

4.1.2.2 硝酸,优级纯。

4.1.2.3 王水:将盐酸(4.1.2.1)与硝酸(4.1.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

4.1.2.4 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=3\%$ 。

4.1.2.5 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$ 。

4.1.2.6 硝酸溶液: $\varphi(\text{HNO}_3)=3\%$ 。

4.1.2.7 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=5 \text{ g/L}$ 。

4.1.2.8 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=20 \text{ g/L}$ 。称取硼氢化钾 10.0 g,溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(4.1.2.7)中,混匀(此溶液于冰箱中可保存 10 d,常温下应当日使用)。

4.1.2.9 硫脲溶液: $\rho(\text{NH}_2\text{CSNH}_2)=50 \text{ g/L}$ 。

4.1.2.10 砷标准储备溶液: $\rho(\text{As})=1000 \mu\text{g/mL}$ 。

4.1.2.11 砷标准溶液: $\rho(\text{As})=100 \mu\text{g/mL}$ 。吸取 1000  $\mu\text{g/mL}$  砷标准储备溶液(4.1.2.10)10.0 mL,用盐酸溶液(4.1.2.4)定容至 100 mL,混匀。

4.1.2.12 砷标准溶液: $\rho(\text{As})=1 \mu\text{g/mL}$ 。吸取 100  $\mu\text{g/mL}$  砷标准溶液(4.1.2.11)10.0 mL,用水定容至 1000 mL,混匀。

#### 4.1.3 仪器

4.1.3.1 通常实验室仪器。

4.1.3.2 原子荧光光度计,附有编码砷空心阴极灯。

4.1.3.3 电热板:温度在室温至 250℃内可调。

#### 4.1.4 分析步骤

##### 4.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

##### 4.1.4.2 试样溶液的制备

称取试样 0.2 g~2 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(4.1.2.3),盖上表面皿,于 150℃~200℃可调电热板上消化(含腐植酸水溶肥料及含大量有机物质的肥料建议先浸泡过夜)。烧杯内容物近干时,用滴管滴加盐酸(4.1.2.1)数滴,驱赶剩余硝酸,反复数次,直至再次滴加盐酸时无棕黄色烟雾出现为止。用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁并继续煮沸 5 min,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中。滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,加入 10.0 mL 硫脲溶液(4.1.2.9)和 3 mL 盐酸溶液(4.1.2.5),用水定容,混匀,放置至少 30 min 后测试。

##### 4.1.4.3 工作曲线的绘制

吸取砷标准溶液(4.1.2.12)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 于六个 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硫脲溶液(4.1.2.9)和 3 mL 盐酸溶液(4.1.2.5),用水定容,混匀。此标准系列溶液砷的质量浓度为:0 ng/mL、10.00 ng/mL、20.00 ng/mL、30.00 ng/mL、40.00 ng/mL、50.00 ng/mL。

根据原子荧光光度计使用说明书的要求,选择仪器的工作条件。

仪器参考条件:光电倍增管负高压 270 V;砷空心阴极灯电流 45 mA;原子化器温度 200℃;高度 9 mm;氩气流速 400 mL/min;屏蔽气 1 000 mL/min;测量方式:荧光强度或浓度直读;读数方式:峰面积;积分时间:12 s。

以盐酸溶液(4.1.2.4)和硼氢化钾溶液(4.1.2.8)为载流,砷含量为 0 ng/mL 的标准溶液为参比,测定各标准溶液的荧光强度。

以各标准溶液中砷的质量浓度(ng/mL)为横坐标,相应的荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

##### 4.1.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定试样溶液的荧光强度,在工作曲线上查出相应砷的质量浓度(ng/mL)。

##### 4.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

#### 4.1.5 分析结果的表述

砷(As)的含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g);

$10^3$ ——将克换算成毫克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

#### 4.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 3 的要求。

表 3

砷的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq w < 5.0$	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
相对相差,%	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$

注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 4 的要求。

表 4

砷的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
相对相差,%	$\leq 100$	$\leq 50$

#### 4.2 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

按 GB/T 7686 的规定执行。

#### 4.3 砷、汞同时测定方法 原子荧光光谱法

按附录 A 的规定执行。

### 5 镉含量的测定

#### 5.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

##### 5.1.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的镉在空气—乙炔火焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从镉空心阴极灯射出的特征波长 228.8 nm 的光,吸光度值与镉基态原子浓度成正比。

##### 5.1.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

##### 5.1.2.1 盐酸,优级纯。

##### 5.1.2.2 硝酸,优级纯。

##### 5.1.2.3 王水:将盐酸(5.1.2.1)与硝酸(5.1.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

##### 5.1.2.4 镉标准储备液: $\rho(\text{Cd})=1 \text{ mg/mL}$ 。

##### 5.1.2.5 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=100 \mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准储备液(5.1.2.4)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(5.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

##### 5.1.2.6 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=10 \mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准溶液(5.1.2.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(5.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

##### 5.1.2.7 溶解乙炔。

##### 5.1.3 仪器

##### 5.1.3.1 通常实验室仪器。

##### 5.1.3.2 原子吸收分光光度计,附有空气—乙炔燃烧器及镉空心阴极灯。

##### 5.1.3.3 电热板:温度在室温至 250℃内可调。

##### 5.1.4 分析步骤

##### 5.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可

通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

5.1.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 20 mL 王水(5.1.2.3),盖上表面皿,在 150℃~200℃电热板上煮沸 30 min 后,移开表面皿继续加热,蒸至近干,取下。冷却后加 2 mL 盐酸(5.1.2.1),加热溶解,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中,滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,定容,混匀。

5.1.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取镉标准溶液(5.1.2.6)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 于七个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(5.1.2.1),用水定容,混匀。此标准系列溶液镉的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.10 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL、1.60 μg/mL、2.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下,于波长 228.8 nm 处,使用空气—乙炔火焰,以镉含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液的镉的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

5.1.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定其吸光值,在工作曲线上查出相应镉的质量浓度(μg/mL)。

5.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

5.1.5 分析结果的表述

镉(Cd)含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(3)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中镉的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中镉的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

5.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 5 的要求。

表 5

镉的质量分数,mg/kg	0.5≤ $w$ <5.0	5.0≤ $w$ <8.0	$w$ >8.0
相对相差,%	≤50	≤30	≤10

注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 6 的要求。

表 6

镉的质量分数,mg/kg	5.0≤ $w$ <8.0	>8.0
相对相差,%	≤100	≤50



## 5.2 等离子体发射光谱法

### 5.2.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的镉在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与镉原子浓度成正比。

### 5.2.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

5.2.2.1 盐酸,优级纯。

5.2.2.2 硝酸,优级纯。

5.2.2.3 王水:将盐酸(5.2.2.1)与硝酸(5.2.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

5.2.2.4 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$ 。

5.2.2.5 镉标准储备液: $\rho(\text{Cd})=1\text{ mg/mL}$ 。

5.2.2.6 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准储备液(5.2.2.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(5.2.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

5.2.2.7 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=20\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准溶液(5.2.2.6)20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(5.2.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

5.2.2.8 高纯氩气。

### 5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 电热板:温度在室温至 250°C 内可调。

5.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

### 5.2.4 分析步骤

#### 5.2.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

#### 5.2.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(5.2.2.3),盖上表面皿。在 150°C~200°C 电热板上煮沸 30 min,烧杯内容物近干时,取下,用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁。冷却后加 2 mL 盐酸溶液(5.2.2.4),加热溶解,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中,滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,定容,混匀。

#### 5.2.4.3 工作曲线的绘制

分别吸取镉标准溶液(5.2.2.7)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(5.2.2.4),用水定容,混匀。此标准系列溶液镉的质量浓度分别为 0  $\mu\text{g/mL}$ 、0.20  $\mu\text{g/mL}$ 、0.40  $\mu\text{g/mL}$ 、0.80  $\mu\text{g/mL}$ 、1.60  $\mu\text{g/mL}$ 、2.00  $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 214.439 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液镉的质量浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

#### 5.2.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得镉的辐射强度,在工作曲线上查出相应镉的质量浓度( $\mu\text{g/mL}$ )。

5.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

5.2.5 分析结果的表述

镉(Cd)含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(4)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中镉的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中镉的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

5.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 7 的要求。

表 7

镉的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq w < 5.0$	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
相对相差,%	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 8 的要求。

表 8

镉的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
相对相差,%	$\leq 100$	$\leq 50$

6 铅含量的测定

6.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

6.1.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的铅在空气—乙炔火焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从铅空心阴极灯射出的特征波长 283.3 nm 的光,吸光度值与铅基态原子浓度成正比。

6.1.2 试剂和材料

6.1.2.1 盐酸,优级纯。

6.1.2.2 硝酸,优级纯。

6.1.2.3 王水:将盐酸(6.1.2.1)与硝酸(6.1.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

6.1.2.4 铅标准储备液: $\rho(\text{Pb})=1 \text{ mg}/\text{mL}$ 。

6.1.2.5 铅标准溶液: $\rho(\text{Pb})=50 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取铅标准储备液(6.1.2.4)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(6.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

6.1.2.6 溶解乙炔。

6.1.3 仪器

6.1.3.1 通常实验室仪器。

6.1.3.2 原子吸收分光光度计:附有空气—乙炔燃烧器及铅空心阴极灯。

6.1.3.3 电热板:温度在室温至 250℃内可调。

#### 6.1.4 分析步骤

##### 6.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

##### 6.1.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 20 mL 王水(6.1.2.3),盖上表面皿。在 150℃~200℃电热板上煮沸 30 min 后,移开表面皿继续加热,蒸至近干,取下。冷却后加 2 mL 盐酸(6.1.2.1),加热溶解,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中,滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,定容,混匀。

##### 6.1.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取铅标准溶液(6.1.2.5)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于七个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(6.1.2.1),用水定容,混匀。此标准系列溶液铅的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下,于波长 283.3 nm 处,使用空气—乙炔火焰,以铅含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液铅的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

##### 6.1.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下测定其吸光值,在工作曲线上查出相应铅的质量浓度(μg/mL)。

##### 6.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

#### 6.1.5 分析结果的表述

铅(Pb)含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(5)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

#### 6.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 9 的要求。

表 9

铅的质量分数,mg/kg	$10.0 \leq w < 20.0$	$20.0 \leq w \leq 40.0$	$w > 40.0$
相对相差,%	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$

注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 10 的要求。

表 10

铅的质量分数, mg/kg	$20.0 \leq w \leq 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 100$	$\leq 50$

## 6.2 等离子体发射光谱法

### 6.2.1 原理

试样经王水消化后, 试样溶液中的铅在 ICP 光源中原子化并激发至高能态, 处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射, 辐射强度与铅原子浓度成正比。

### 6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 盐酸, 优级纯。

6.2.2.2 硝酸, 优级纯。

6.2.2.3 王水: 将盐酸(6.2.2.1)与硝酸(6.2.2.2)按体积比 3:1 混合, 放置 20 min 后使用。

6.2.2.4 盐酸溶液:  $\rho(\text{HCl}) = 50\%$ 。

6.2.2.5 铅标准储备液:  $\rho(\text{Pb}) = 1 \text{ mg/mL}$ 。

6.2.2.6 铅标准溶液:  $\rho(\text{Pb}) = 50 \mu\text{g/mL}$ 。吸取铅标准储备液(6.2.2.5) 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加入盐酸溶液(6.2.2.4) 5 mL, 用水定容, 混匀。

6.2.2.7 高纯氩气。

### 6.2.3 仪器

6.2.3.1 通常实验室仪器。

6.2.3.2 电热板: 温度在室温至 250°C 内可调。

6.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

### 6.2.4 分析步骤

#### 6.2.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后, 取出约 100 g, 将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿, 可通过 1.00 mm 筛子), 混合均匀, 置于洁净、干燥的容器中; 液体样品经多次摇动后, 迅速取出约 100 mL, 置于洁净、干燥的容器中。

#### 6.2.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g), 置于 100 mL 烧杯中, 加入 20 mL 王水(6.2.2.3), 盖上表面皿, 在 150°C~200°C 电热板上微沸 30 min, 烧杯内容物近干时, 取下, 用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁。冷却后加 2 mL 盐酸溶液(6.2.2.4), 加热溶解, 取下冷却, 过滤, 滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中, 滤干后用少量水冲洗 3 次以上, 合并于滤液中, 定容, 混匀。

#### 6.2.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取铅标准溶液(6.2.2.6) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸溶液(6.2.2.4), 用水定容, 混匀。此标准系列溶液铅的质量浓度分别为 0  $\mu\text{g/mL}$ 、0.50  $\mu\text{g/mL}$ 、1.00  $\mu\text{g/mL}$ 、2.00  $\mu\text{g/mL}$ 、4.00  $\mu\text{g/mL}$ 、5.00  $\mu\text{g/mL}$ 。

测定前, 根据待测元素性质和仪器性能, 进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后, 用等离子体发射光谱仪在波长 220.353 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液铅的质量浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标, 相应的辐射强度为纵坐标, 绘制工作曲线。

注: 可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

#### 6.2.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得铅的辐射强度,在工作曲线上查出相应铅的质量浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

#### 6.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

#### 6.2.5 分析结果的表述

铅(Pb)含量  $w$  以质量分数( $\text{mg}/\text{kg}$ )表示,按式(6)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——试料的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

#### 6.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 11 的要求。

表 11

铅的质量分数, $\text{mg}/\text{kg}$	$10.0 \leq w < 20.0$	$20.0 < w \leq 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 12 的要求。

表 12

铅的质量分数, $\text{mg}/\text{kg}$	$20.0 \leq w \leq 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 100$	$\leq 50$

## 7 铬含量的测定

### 7.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

#### 7.1.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的铬在富燃性空气—乙炔火焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从铬空心阴极灯射出的特征波长  $357.9 \text{ nm}$  的光,吸光度值与铬基态原子浓度成正比。加焦硫酸钾作抑制剂,可消除试样溶液中钼、铅、铝、铁、镍和镁离子对铬测定的干扰。

#### 7.1.2 试剂和材料

7.1.2.1 盐酸,优级纯。

7.1.2.2 硝酸,优级纯。

7.1.2.3 王水:将盐酸(7.1.2.1)与硝酸(7.1.2.2)按体积比 3 : 1 混合,放置 20 min 后使用。

7.1.2.4 焦硫酸钾溶液: $\rho(\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7) = 100 \text{ g}/\text{L}$ 。

7.1.2.5 铬标准储备液: $\rho(\text{Cr}) = 1 \text{ mg}/\text{mL}$ 。

7.1.2.6 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr}) = 50 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取铬标准储备液(7.1.2.5)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(7.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

7.1.2.7 溶解乙炔。

7.1.3 仪器

7.1.3.1 通常实验室仪器。

7.1.3.2 原子吸收分光光度计,附有空气—乙炔燃烧器及铬空心阴极灯。

7.1.3.3 电热板:温度在室温至 250°C 内可调。

7.1.4 分析步骤

7.1.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

7.1.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 20 mL 王水(7.1.2.3),盖上表面皿。在 150°C~200°C 电热板上微沸 30 min 后,移开表面皿继续加热,蒸至近干,取下。冷却后加 2 mL 盐酸(7.1.2.1),加热溶解,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中,滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,定容,混匀。

7.1.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取铬标准溶液(7.1.2.6)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于七个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(7.1.2.1)和 20 mL 焦硫酸钾溶液(7.1.2.4),用水定容,混匀。此标准系列溶液铬的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL。在选定最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,使用富燃性空气—乙炔火焰,以铬含量为 0 μg/mL 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光值。

以各标准溶液铬的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

7.1.4.4 测定

吸取一定量试样溶液于 25 mL 容量瓶内,加入 1 mL 盐酸(7.1.2.1)和 5 mL 焦硫酸钾溶液(7.1.2.4),用水定容,混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下测定其吸光值,在工作曲线上查出相应铬的质量浓度(μg/mL)。

7.1.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

7.1.5 分析结果的表述

铬(Cr)含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(7)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

7.1.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 13 的要求。

表 13

铬的质量分数, mg/kg	$5.0 \leq w < 10.0$	$10.0 \leq w < 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$

注: 相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比, 下同。

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 14 的要求。

表 14

铬的质量分数, mg/kg	$10.0 \leq w < 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 100$	$\leq 50$

## 7.2 等离子体发射光谱法

### 7.2.1 原理

试样经王水消化后, 试样溶液中的铬在 ICP 光源中原子化并激发至高能态, 处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射, 辐射强度与铬原子浓度成正比。

### 7.2.2 试剂和材料

7.2.2.1 盐酸, 优级纯。

7.2.2.2 硝酸, 优级纯。

7.2.2.3 王水: 将盐酸(7.2.2.1)与硝酸(7.2.2.2)按体积比 3:1 混合, 放置 20 min 后使用。

7.2.2.4 盐酸溶液:  $\varphi(\text{HCl}) = 50\%$ 。

7.2.2.5 铬标准储备液:  $\rho(\text{Cr}) = 1 \text{ mg/mL}$ 。

7.2.2.6 铬标准溶液:  $\rho(\text{Cr}) = 100 \text{ } \mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准储备液(7.2.2.5) 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加入盐酸溶液(7.2.2.4) 5 mL, 用水定容, 混匀。

7.2.2.7 铬标准溶液:  $\rho(\text{Cr}) = 20 \text{ } \mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准溶液(7.2.2.6) 20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加入盐酸溶液(7.2.2.4) 5 mL, 用水定容, 混匀。

7.2.2.8 高纯氩气。

### 7.2.3 仪器

7.2.3.1 通常实验室仪器。

7.2.3.2 电热板: 温度在室温至 250°C 内可调。

7.2.3.3 等离子体发射光谱仪。

### 7.2.4 分析步骤

#### 7.2.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后, 取出约 100 g, 将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿, 可通过 1.00 mm 筛子), 混合均匀, 置于洁净、干燥的容器中; 液体样品经多次摇动后, 迅速取出约 100 mL, 置于洁净、干燥的容器中。

#### 7.2.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g), 置于 100 mL 烧杯中, 加入 20 mL 王水(7.2.2.3), 盖上表面皿。在 150°C~200°C 电热板上微沸 30 min, 烧杯内容物近干时, 取下, 用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁。冷却后加 2 mL 盐酸溶液(7.2.2.4), 加热溶解, 取下冷却, 过滤, 滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中, 滤干后用少量水冲洗 3 次以上, 合并于滤液中, 定容, 混匀。

#### 7.2.4.3 标准曲线的绘制

分别吸取铬标准溶液(7.2.2.7) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100

mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(7.2.2.4),用水定容,混匀。此标准系列溶液铬的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL、1.60 μg/mL、2.00 μg/mL。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在波长 267.716 nm 处测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液铬的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

7.2.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下测得铬的辐射强度,在工作曲线上查出相应铬的质量浓度(μg/mL)。

7.2.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

7.2.5 分析结果的表述

铬(Cr)含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(8)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

7.2.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 15 的要求。

表 15

铬的质量分数,mg/kg	5.0 ≤ $w$ < 10.0	10.0 ≤ $w$ < 40.0	$w$ > 40.0
相对相差,%	≤ 50	≤ 30	≤ 10

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 16 的要求。

表 16

铬的质量分数,mg/kg	10.0 ≤ $w$ < 40.0	$w$ > 40.0
相对相差,%	≤ 100	≤ 50



## 附录 A (规范性附录)

### 肥料汞、砷含量的同时测定 原子荧光光谱法

#### A.1 原理

试样经消解后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷。在酸性介质中,硼氢化钾使汞还原成原子态汞,砷还原生成砷化氢,由氬气载入石英原子化器中,在特制的汞、砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,利用荧光强度在特定条件下与被测液中的汞、砷浓度成正比的特性,对汞、砷进行测定。

#### A.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

A.2.1 盐酸,优级纯。

A.2.2 硝酸,优级纯。

A.2.3 王水:将盐酸(A.2.1)与硝酸(A.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

A.2.4 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=3\%$ 。

A.2.5 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$ 。

A.2.6 硝酸溶液: $\varphi(\text{HNO}_3)=3\%$ 。

A.2.7 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=5\text{ g/L}$ 。

A.2.8 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=20\text{ g/L}$ 。称取硼氢化钾 10.0 g,溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(A.2.7)中,混匀(此溶液于冰箱中可保存 10 d,常温下应当日使用)。

A.2.9 硫脲溶液: $\rho(\text{NH}_2\text{CSNH}_2)=50\text{ g/L}$ 。

A.2.10 重铬酸钾—硝酸溶液: $\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.5\text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 重铬酸钾溶解于 1 000 mL 硝酸溶液(A.2.6)中。

A.2.11 汞标准储备溶液: $\rho(\text{Hg})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

A.2.12 砷标准储备溶液: $\rho(\text{As})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

A.2.13 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=10\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 1 000  $\mu\text{g/mL}$  汞标准储备溶液(A.2.11)10.0 mL,用重铬酸钾—硝酸溶液(A.2.10)定容至 1 000 mL,混匀。

A.2.14 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=0.1\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 10  $\mu\text{g/mL}$  汞标准溶液(A.2.13)10.0 mL,用重铬酸钾—硝酸溶液(A.2.10)定容至 1 000 mL,混匀。

A.2.15 砷标准溶液: $\rho(\text{As})=100\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 1 000  $\mu\text{g/mL}$  砷标准储备溶液(A.2.12)10.0 mL,用盐酸溶液(A.2.4)定容至 100 mL,混匀。

A.2.16 砷标准溶液: $\rho(\text{As})=1\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 100  $\mu\text{g/mL}$  砷标准溶液(A.2.15)10.0 mL,用水定容至 1 000 mL,混匀。

#### A.3 仪器

A.3.1 通常实验室仪器。

A.3.2 原子荧光光度计,附有编码砷、汞空心阴极灯。

A.3.3 电热板:温度在室温至 250℃内可调。

A.4 分析步骤

A.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

A.4.2 试样溶液的制备

称取试样 0.2 g~2 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(A.2.3),盖上表面皿,于 150℃~200℃可调电热板上消化(含腐植酸水溶肥料及含大量有机物质的肥料建议先浸泡过夜)。烧杯内容物近干时,用滴管滴加盐酸(A.2.1)数滴,驱赶剩余硝酸,反复数次,直至再次滴加盐酸时无棕黄色烟雾出现为止。用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁并继续煮沸 5 min,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中。滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,加入 10.0 mL 硫脲溶液(A.2.9)和 3 mL 盐酸(A.2.5),用水定容,混匀,放置至少 30 min 后测试。

A.4.3 混合工作曲线的绘制

吸取汞标准溶液(A.2.14)0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL,吸取砷标准溶液(A.2.16)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 于六个 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硫脲溶液(A.2.9)和 3 mL 浓盐酸(A.2.5),用水定容,混匀。

此混合标准系列溶液的质量浓度为:汞 0 ng/mL、0.40 ng/mL、0.80 ng/mL、1.20 ng/mL、1.60 ng/mL、2.00 ng/mL;砷 0 ng/mL、10.00 ng/mL、20.00 ng/mL、30.00 ng/mL、40.00 ng/mL、50.00 ng/mL。

根据原子荧光光度计使用说明书的要求,选择仪器的工作条件。

仪器参考条件:光电倍增管负高压 270 V;汞空心阴极灯电流 30 mA;砷空心阴极灯电流 45 mA;原子化器温度 200℃;高度 9 mm;氩气流速 400 mL/min;屏蔽气 1 000 mL/min;测量方式:荧光强度或浓度直读;读数方式:峰面积;积分时间:12 s。

以盐酸溶液(A.2.4)和硼氢化钾溶液(A.2.8)为载体,汞、砷含量为 0 ng/mL 的标准溶液为参比,测定各标准溶液的荧光强度。

以各标准溶液汞、砷的质量浓度(ng/mL)为横坐标,相应的荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

A.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下测定试样溶液的荧光强度,在工作曲线上查出相应汞、砷的质量浓度(ng/mL)。

A.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

A.5 分析结果的表述

汞(Hg)或砷(As)的含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- $\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液汞或砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液汞或砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g);

$10^3$ ——将克换算成毫克的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

#### A.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 A.1 的要求。

表 A.1

汞的质量分数,mg/kg	$0.2 \leq w < 2.5$	$2.5 \leq w \leq 4.0$	$w > 4.0$
砷的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq w < 5.0$	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
相对相差,%	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$
注:相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比,下同。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 A.2 的要求。

表 A.2

汞的质量分数,mg/kg	$2.5 \leq w \leq 4.0$	$w > 4.0$
砷的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
相对相差,%	$\leq 100$	$\leq 50$

## 附录 B

### (规范性附录)

#### 肥料镉、铅、铬含量的测定 等离子体发射光谱法

##### B.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的镉、铅、铬在 ICP 光源中原子化并激发至高能态,处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射,辐射强度与镉、铅、铬原子浓度成正比。

##### B.2 试剂和材料

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

B.2.1 盐酸,优级纯。

B.2.2 硝酸,优级纯。

B.2.3 王水:将盐酸(B.2.1)与硝酸(B.2.2)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

B.2.4 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$ 。

B.2.5 镉标准储备液: $\rho(\text{Cd})=1\text{ mg/mL}$ 。

B.2.6 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准储备液(B.2.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(B.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

B.2.7 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=20\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准溶液(B.2.6)20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(B.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

B.2.8 铅标准储备液: $\rho(\text{Pb})=1\text{ mg/mL}$ 。

B.2.9 铅标准溶液: $\rho(\text{Pb})=50\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取铅标准储备液(B.2.8)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(B.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

B.2.10 铬标准储备液: $\rho(\text{Cr})=1\text{ mg/mL}$ 。

B.2.11 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准储备液(B.2.10)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(B.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

B.2.12 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr})=20\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准溶液(B.2.11)20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(B.2.4)5 mL,用水定容,混匀。

B.2.13 高纯氩气。

##### B.3 仪器

B.3.1 通常实验室仪器。

B.3.2 电热板:温度在室温至 250℃ 内可调。

B.3.3 等离子体发射光谱仪。

##### B.4 分析步骤

###### B.4.1 试样的制备

固体样品经多次缩分后,取出约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿,可

通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥的容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥的容器中。

#### B.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确到 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(B.2.3),盖上表面皿。在 150℃~200℃电热板上煮沸 30 min,烧杯内容物近干时,取下,用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁。冷却后加 2 mL 盐酸溶液(B.2.4),加热溶解,取下冷却,过滤,滤液直接收集于 50 mL 容量瓶中,滤干后用少量水冲洗 3 次以上,合并于滤液中,定容,混匀。

#### B.4.3 混合工作曲线的绘制

分别吸取镉标准溶液(B.2.7)、铅标准溶液(B.2.9)和铬标准溶液(B.2.12)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于六个 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(B.2.4),用水定容,混匀。此标准系列溶液镉的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL、1.60 μg/mL、2.00 μg/mL,铅的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL,铬的质量浓度分别为 0 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL、1.60 μg/mL、2.00 μg/mL。

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等测量条件优化。然后,用等离子体发射光谱仪在各元素特征波长处(镉:214.439 nm,铅:220.353 nm,铬:267.716 nm)测定各标准溶液的辐射强度。以各标准溶液的质量浓度(μg/mL)为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度调整标准曲线的质量浓度。

#### B.4.4 测定

试样溶液直接(或适当稀释后)在与测定标准系列溶液相同的条件下测得待测元素的辐射强度,在工作曲线上查出相应的质量浓度(μg/mL)。

#### B.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的测定。

### B.5 分析结果的表述

待测元素含量  $w$  以质量分数(mg/kg)表示,按式(B.1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)D \times 50}{m} \dots\dots\dots (B.1)$$

$\rho$ ——由工作曲线查出的试样溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\rho_0$ ——由工作曲线查出的空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$D$ ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后一位。

### B.6 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 B.1 的要求。

表 B.1

镉的质量分数,mg/kg	0.5< $w$ <5.0	5.0≤ $w$ ≤8.0	$w$ >8.0
铅的质量分数,mg/kg	10.0< $w$ <20.0	20.0≤ $w$ ≤40.0	$w$ >40.0

表 B.1 (续)

铬的质量分数, mg/kg	$5.0 < w < 10.0$	$10.0 \leq w \leq 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 50$	$\leq 30$	$\leq 10$
注: 相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比, 下同。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 B.2 的要求。

表 B.2

镉的质量分数, mg/kg	$5.0 \leq w \leq 8.0$	$w > 8.0$
铅的质量分数, mg/kg	$20.0 \leq w \leq 40.0$	$w > 40.0$
铬的质量分数, mg/kg	$10.0 \leq w \leq 40.0$	$w > 40.0$
相对相差, %	$\leq 100$	$\leq 50$