



中华人民共和国国家标准

GB/T 39356—2020

肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、 总铊含量的测定 电感耦合等离子体 发射光谱法

Determination of total nickel, total cobalt, total selenium, total vanadium, total
stibium, total thallium in fertilizers—Inductively coupled plasma optical
emission spectroscopy

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC 105)归口。

本标准起草单位：云南省化工产品质量监督检验站、山东师范大学、云南云天化股份有限公司、上海化工研究院有限公司、山东省产品质量检验研究院、上海化工院检测有限公司。

本标准主要起草人：桂素萍、张金娥、李周、魏厚道、陈萌、王坚、冷远鹏、张娟、毛红祥、王国栋、孙文丹、侯文静。

肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、 总铊含量的测定 电感耦合等离子体 发射光谱法

警示——本标准中所用的盐酸具有腐蚀性,硝酸具有腐蚀性和氧化性,试验方法中的一些过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。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

本标准规定了采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、总铊含量的方法。

本标准适用于肥料中总镍、总钴、总硒、总钒、总锑、总铊含量的测定。

本标准方法检出限分别如下:镍(Ni)为 0.02 mg/kg;钴(Co)为 0.02 mg/kg;硒(Se)为 0.4 mg/kg;钒(V)为 0.02 mg/kg;锑(Sb)为 0.1 mg/kg;铊(Tl):采用 6.2.2 a)步骤时为 0.01 mg/kg,采用 6.2.2 b)步骤时为 0.02 mg/kg。

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

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

3 原理

样品用王水进行消解,试料中的总镍、总钴、总硒、总钒、总锑形成可溶性盐类,用电感耦合等离子体发射光谱仪进行定量测定。样品用王水进行消解,试料中的总铊用甲基异丁基甲酮萃取后,蒸发,残渣用硝酸溶解,用电感耦合等离子体发射光谱仪进行定量测定。

4 试剂或材料

4.1 一般规定:本标准中所使用的水,在未说明规格时,其 pH 值范围和电导率应符合 GB/T 6682 中的二级水规格;本标准中所用的试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂;本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液,在未说明配制方法时,均按 HG/T 2843 配制。

4.2 硝酸:优级纯。

4.3 盐酸:优级纯。

4.4 甲基异丁基甲酮。

4.5 硝酸溶液:1+9。

4.6 盐酸溶液:1+1。

4.7 碘化钾-抗坏血酸溶液:称取 30 g 碘化钾和 20 g 抗坏血酸于烧杯中,加水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

4.8 镍、钴、硒、钒、锑、铈元素标准储备液:100 $\mu\text{g/mL}$,市售有证标准物质或用有证标准物质配制。

4.9 高纯氩气:含量 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器设备

5.1 通常实验室仪器。

5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6 试验步骤

6.1 样品制备

按相应的肥料产品标准中规定的步骤进行。

6.2 试样溶液的制备

6.2.1 总镍、总钴、总硒、总钒、总锑试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。称取试样 0.5 g~5 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 15 mL 盐酸和 5 mL 硝酸,盖上表面皿,在低温电热板上加热至沸,保持微沸 15 min,稍微移开表面皿继续加热,使酸全部蒸发至近干涸,以赶尽硝酸。冷却后加入 20 mL 盐酸溶液(4.6),加热溶解,冷却至室温后转移至 100 mL 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。

6.2.2 总铈试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。称取试样 5 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 15 mL 盐酸和 5 mL 硝酸,盖上表面皿,在低温电热板上加热至沸,保持微沸 15 min。试料溶解清亮无残渣时后续步骤按 a)进行,试料不完全溶解时后续步骤按 b)进行:

- a) 稍微移开表面皿继续加热,使酸蒸发至近干涸。稍冷后加入 5 mL 盐酸溶液(4.6),并加热使残渣溶解。冷却至室温,转移至 25 mL 比色管中,控制溶液体积约 15 mL。加入 3 mL 碘化钾-抗坏血酸溶液,摇匀,加入 5 mL 甲基异丁基甲酮,振荡萃取 2 min,静置 15 min 后,用滴管小心取出大部分有机相置于 50 mL 烧杯中,按照同样操作各加入 4 mL 甲基异丁基甲酮继续萃取 2 次,合并有机相,将烧杯置于沸水浴上蒸干。向烧杯中加入 5 mL 硝酸(4.2),在电热板上加热消解并蒸发至溶液体积小于 1 mL(溶液不能蒸干),冷却至室温,转移至 10 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,待用。若试液浑浊,于测定前过滤。
- b) 稍微移开表面皿继续加热,待溶液约为 10 mL 时,取下,冷却,转移至 50 mL 容量瓶中,定容,混匀,干过滤,弃去前 10 mL 滤液。准确移取 20 mL 滤液于 50 mL 比色管中,加入 3 mL 碘化钾-抗坏血酸溶液,摇匀,加入 5 mL 甲基异丁基甲酮,振荡萃取 2 min,静置 15 min 后,用滴管小心取出大部分有机相置于 50 mL 烧杯中,按照同样操作各加入 4 mL 甲基异丁基甲酮继续

萃取 2 次,合并有机相,将烧杯置于沸水浴上蒸干。向烧杯中加入 5 mL 硝酸(4.2),在电热板上加热消解并蒸发至溶液体积小于 1 mL(溶液不能蒸干),冷却至室温,转移至 10 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,待用。若试液浑浊,于测定前过滤。

6.3 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。

6.4 工作标准溶液的配制

取适量各元素的标准储备液,经逐级稀释并用硝酸溶液(4.5)定容,按表 1 配制混合离子标准溶液系列。

表 1 混合离子标准溶液质量浓度 单位为微克每毫升


元素	镍	钴	硒	钒	锑	铊
标 0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
标 1	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
标 2	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
标 3	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
标 4	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
注:可根据不同仪器灵敏度调整标准溶液的质量浓度。						

6.5 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。电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考和元素的推荐分析波长参见附录 A。在选定的仪器工作条件下,按照浓度由低至高依次测定标准溶液系列,绘制标准曲线。同样条件下测量空白溶液和试样溶液。根据标准曲线,仪器给出试样溶液中待测元素的浓度值。

6.6 试验数据处理

各元素含量 w_i ,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:



$$w_i = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——试样溶液中被测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——空白溶液中被测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——测定时试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数的数值;
- m ——试料的的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.7 精密度

待测元素含量测定的允许差见表 2。

表 2 待测元素含量测定的允许差

待测元素含量 w_i / (mg/kg)	平行测定结果的相对偏差 / %	不同实验室测定结果的相对偏差 / %
$w_i < 1.00$	25	50
$w_i \geq 1.00$	10	20

附录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考和元素的推荐分析波长

A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考见表 A.1。

表 A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考

参数	工作条件
观测方式	水平
入射功率	1 150 W
载气流量	0.5 mL/min
冷却气流量	14 L/min
辅助气流量	0.5 L/min
蠕动泵转速	75 r/min
短波积分时间	15 s
长波积分时间	10 s

A.2 待测元素的推荐分析波长

待测元素的推荐分析波长见表 A.2。

表 A.2 待测元素推荐的分析波长

待测元素	推荐的分析波长/nm
镍	231.604、221.647
钴	228.616、237.862
硒	196.090、203.985
钒	292.402、309.311
铈	206.833、217.589
铊	190.856