



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0736.15—2013

进出口化肥检验方法 第 15 部分：微波消解-原子荧光光谱法 同时测定砷、汞含量

Test method of import and export fertilizers—Part 15: Simultaneous determination of arsenic and mercury content by microwave-assisted digestion-atomic fluorescence spectrometry

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

SN/T 0736《进出口化肥检验方法》共分为 15 部分：

- 第 1 部分：取样和制样；
- 第 2 部分：水分的测定；
- 第 3 部分：粒度的测定；
- 第 4 部分：火焰原子吸收光谱法测定钠量；
- 第 5 部分：氮含量的测定；
- 第 6 部分：磷的测定；
- 第 7 部分：钾含量的测定；
- 第 8 部分：缩二脲含量的测定；
- 第 9 部分：氯含量的测定；
- 第 10 部分：游离酸的测定；
- 第 11 部分：自动分析仪测定氮含量；
- 第 12 部分：电感耦合等离子体质谱法测定有害元素砷、铬、镉、汞、铅；
- 第 13 部分：火焰原子吸收光谱法测定铜、锌、铁、锰、镁、钴、镍的含量；
- 第 14 部分：离子色谱法测定微量无机阴离子；
- 第 15 部分：微波消解-原子荧光光谱法同时测定砷、汞含量。

本部分为 SN/T 0736 的第 15 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：闵红、刘曙、金樱华、蒋海宁、屠虹、周海明。

进出口化肥检验方法

第 15 部分:微波消解-原子荧光光谱法

同时测定砷、汞含量

1 范围

SN/T 0736 的本部分规定了化肥中砷、汞含量的微波消解-原子荧光光谱同时测定方法。

本部分适用于化肥中砷、汞含量的检测,砷的最低测定限为 $0.21 \mu\text{g/g}$,汞的最低测定限为 $0.02 \mu\text{g/g}$ 。

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 8571 复混肥料 实验室样品制备

3 方法提要

试样经微波消解后,在盐酸-硝酸混酸介质中,先用硫脲-抗坏血酸预还原五价的砷为三价的砷,然后再用硼氢化钾做还原剂,使试样中的砷和汞被还原为氢化砷气体和汞蒸气,用氩气为载气导入原子化器中,于双道原子荧光光谱仪上同时测定砷、汞原子的荧光强度,分析化肥中砷和汞的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用确认为分析纯及以上的试剂,水为二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 硼氢化钾。

4.2 氢氧化钠。

4.3 硫脲。

4.4 抗坏血酸。

4.5 重铬酸钾。

4.6 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。

4.7 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

4.8 50%盐酸-硝酸混酸(1+1):准确移取 100 mL 盐酸(4.7)和 100 mL 硝酸(4.6),用水稀释至 400 mL,棕色瓶储存。

4.9 硝酸(1+9)。

4.10 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 2.5 g 氢氧化钠(4.2),用水溶解后,加入 10.0 g 硼氢化钾(4.1),加去离子水稀释到 500 mL,现用现配。

4.11 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L):分别称取硫脲(4.3)、抗坏血酸(4.4)各 10.0 g,用水溶解并稀释到 200 mL,现用现配。

4.12 砷标准储备溶液($1\ 000 \mu\text{g/mL}$):可溯源到国家标准物质。

4.13 汞标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):可溯源到国家标准物质。

4.14 汞标准储备溶液(20 $\mu\text{g/mL}$):于 100 mL 容量瓶中,加入 0.050 0 g 重铬酸钾(4.5),用少量水溶解后,加入 2 mL 汞标准储备溶液(4.13)、5 mL 硝酸(4.6),用水稀释至刻度,摇匀,现用现配。

4.15 砷、汞双元素标准储备溶液(砷 100 $\mu\text{g/mL}$ 、汞 2 $\mu\text{g/mL}$):于 100 mL 容量瓶中,加入 0.050 0 g 重铬酸钾(4.5),用水溶解后,准确移入 10 mL 砷标准储备溶液(4.12)、10 mL 汞标准储备溶液(4.14)、5 mL 硝酸(4.6),用水稀释至刻度,摇匀,现用现配。

4.16 砷、汞双元素标准工作溶液(砷 1 $\mu\text{g/mL}$ 、汞 20 ng/mL):准确移取 1 mL 砷、汞双元素标准储备溶液(4.15)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.6),用水稀释至刻度,摇匀,现用现配。

5 仪器与设备

5.1 双道原子荧光光谱仪,具有氢化物发生器及进样装置,专用砷、汞空心阴极灯。所用原子荧光光谱仪应达到以下指标:

——稳定性:仪器稳定后,30 min 内漂移 $\leq 5\%$;

——检测限: $\leq 0.1 \text{ ng/mL}$;

——校准曲线的线性:As 在 0~50 ng/mL 范围内,Hg 在 0~1.0 ng/mL 范围内,标准工作曲线线性相关系数应达到 0.999 5 以上。

双道原子荧光光谱仪工作条件参见附录 A。

5.2 微波消解仪,配有 100 mL 消解罐,其工作条件参见附录 B。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 氩气:纯度大于 99.99%。

注:实验室所用消解罐、容量瓶等均用硝酸(1+9)(4.9)浸泡 24 h 以上,用水冲洗、晾干、备用。

6 分析步骤

6.1 试样

所有分析试样应通过 1.0 mm 孔径筛,符合 GB/T 8571 规定,同时进行两份试料的平行测定。

6.2 试料溶解

准确称取 0.1 g(精确到 0.1 mg)试料于 100 mL 消解罐中,加入 10 mL 50%盐酸-硝酸混酸(4.8),反应缓和后,装入外罐,旋紧密封,置于微波消解仪中,按设定的微波消解程序进行消解(消解条件应根据消解仪及压力罐的不同而需验证其合适性,工作条件参见附录 B),至消解完全。消解液冷却后,将消解液转移入 50 mL 容量瓶中,并用 10 mL 水分 3 次冲洗消解罐,加入硫脲-抗坏血酸溶液(4.11)10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,静置 0.5 h,待测定。

6.3 空白实验

随同试料做空白实验。

6.4 标准工作曲线配制

分别移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL 砷、汞双元素标准工作溶液(4.16)于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 50%盐酸-硝酸混酸(4.8)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(4.11),用水稀释至刻度,摇匀,静置 0.5 h,待测定。

6.5 测定

调整仪器工作条件使仪器至最佳状态,依次对标准溶液(6.4)、样品空白溶液(6.3)和试料溶液(6.2)进行测定。每个试料同时测定2次,取其平均值。

若测定结果超出标准曲线的线性范围,则需要对待测溶液进行稀释后重新测定:准确移取6.2中待测溶液5.00 mL于50 mL容量瓶中,加入5 mL 50%盐酸-硝酸混酸(4.8)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(4.11),用水稀释至刻度,摇匀,静置0.5 h,重新测定。

7 结果的计算与表述

7.1 结果计算

按式(1)分别计算砷、汞的含量:

$$w_x = \frac{(c_x - c_0) \times V}{m} \times F \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_x ——各被测元素的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- c_x ——从标准曲线上查得试样溶液中各被测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- c_0 ——样品空白溶液中各被测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——测试溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- F ——试验溶液的稀释倍数。

7.2 结果表述

以两次平行测定的平均值为测定结果,测定结果保留到小数点后2位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值在以下给出的平均值范围内不大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过5%为前提,重复性限(r)按表1函数关系式进行计算:

表1 重复性 单位为微克每克

元素	水平范围	重复性限 r
As	3.87~40.44	$r=0.039\ 8m+0.100\ 5$
Hg	0.20~0.72	$r=0.076$

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值在以下给出的平均值范围内不超过再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过5%为前提,再现性限(R)按表2函数关系式进行计算:

表 2 再现性

单位为微克每克

元素	水平范围	再现性限 R
As	3.87~40.44	$R=0.1439m-0.4736$
Hg	0.20~0.72	$R=0.092$

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

表 A.1 仪器工作条件

仪器参数	As	Hg
灯主电流/mA	50	25
灯辅助电流/mA	25	—
负高压/V		280
原子化器高度/mm		8
载气流量/(mL/min)		400
屏蔽气流量/(mL/min)		800
测量方式		标准曲线法
读数方式		峰面积
载流(硝酸溶液)浓度/%		体积分数为 5.0
硼氢化钾溶液浓度/%		质量分数为 2.0

附 录 B
(资料性附录)
微波消解仪工作条件

表 B.1 微波消解仪工作条件

步骤	预置温度/℃	升温时间/min	恒温时间/min
1	135	5	5
2	165	5	5
3	190	15	20

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口化肥检验方法
第 15 部分:微波消解-原子荧光光谱法
同时测定砷、汞含量
SN/T 0736.15—2013

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013 年 8 月第一版 2013 年 8 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25722 定价 16.00 元



SN/T 0736.15-2013