

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1978—2022

代替 NY/T 1978—2010

肥料 汞、砷、镉、铅、铬、镍含量的测定

Determination of mercury, arsenic, cadmium, lead, chromium
and nickel in fertilizers

2022-07-11 发布

2022-10-01 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 汞含量的测定 1

 4.1 原子荧光光谱法 1

 4.2 砷、汞同时测定 原子荧光光谱法 3

5 砷含量的测定 3

 5.1 原子荧光光谱法 3

 5.2 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法 5

 5.3 砷、汞同时测定 原子荧光光谱法 5

 5.4 电感耦合等离子体质谱法 5

6 镉含量的测定 5

 6.1 原子吸收分光光度法 5

 6.2 电感耦合等离子体质谱法 7

 6.3 电感耦合等离子体发射光谱法 7

7 铅含量的测定 7

 7.1 原子吸收分光光度法 7

 7.2 电感耦合等离子体质谱法 9

 7.3 电感耦合等离子体发射光谱法 9

8 铬含量的测定 9

 8.1 原子吸收分光光度法 9

 8.2 电感耦合等离子体质谱法 10

 8.3 电感耦合等离子体发射光谱法 10

9 镍含量的测定 10

 9.1 原子吸收分光光度法 10

 9.2 电感耦合等离子体质谱法 12

 9.3 电感耦合等离子体发射光谱法 12

10 废物处理 12

附录 A(规范性) 肥料 汞、砷含量的同时测定 原子荧光光谱法 13

附录 B(规范性) 肥料 砷、镉、铅、铬、镍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法 16

附录 C(规范性) 肥料 镉、铅、铬、镍含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 20

附录 D(资料性) 方法检出限和定量限数据汇总 23

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件代替 NY/T 1978—2010《肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定》，与 NY/T 1978—2010 相比，除了结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了肥料镍含量的测定方法(见第9章)；
- b) 增加了肥料砷、镉、铅、铬、镍含量测定电感耦合等离子体质谱法(见附录B)；
- c) 删除了仲裁法描述(见2010版的4.1,5.1,6.1,7.1)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、国家化肥质量监督检验中心(北京)、全国农业技术推广服务中心、农业农村部肥料质量监督检验测试中心(杭州)、农业农村部肥料质量监督检验测试中心(郑州)、临沂市检验检测中心、农业农村部肥料质量监督检验测试中心(成都)。

本文件主要起草人：汪洪、刘蜜、孔令娥、孙钊、孙蓓锋、李亚丽、孙又宁、范洪黎、韦东普、何冠睿、郭伟、钟杭、王小琳、赵旭东、李昆、潘雪、荣向农、季天委、谢先进、杜建光。

本文件及其所代替文件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；
- NY/T 1978—2010《肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定》；
- 本次为第二次修订。

肥料 汞、砷、镉、铅、铬、镍含量的测定

1 范围

本文件规定了肥料中汞、砷、镉、铅、铬、镍含量的测定方法。

本文件适用于肥料中汞、砷、镉、铅、铬、镍含量的测定,也适用于土壤调理剂中汞、砷、镉、铅、铬、镍含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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
- GB/T 7686 化工产品中砷含量测定的通用方法
- 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 汞含量的测定

4.1 原子荧光光谱法

4.1.1 原理

在酸性介质中,硼氢化钾可将经消化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特性,对汞进行测定。

4.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

- 4.1.2.1 氢氧化钾(KOH):优级纯。
- 4.1.2.2 硼氢化钾(KBH₄):优级纯。
- 4.1.2.3 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇):优级纯。
- 4.1.2.4 盐酸:优级纯。
- 4.1.2.5 硝酸:优级纯。
- 4.1.2.6 王水:将盐酸(4.1.2.4)与硝酸(4.1.2.5)按体积比 3 : 1 混合,放置 20 min 后使用。
- 4.1.2.7 盐酸溶液:φ(HCl)=3%。量取 30 mL 盐酸(4.1.2.4),缓慢加入到约 970 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.1.2.8 盐酸溶液:φ(HCl)=50%。量取 50 mL 盐酸(4.1.2.4),缓慢加入到约 50 mL 水中,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.1.2.9 硝酸溶液:φ(HNO₃)=3%。量取 30 mL 硝酸(4.1.2.5),缓慢加入到约 970 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.1.2.10 氢氧化钾溶液:ρ(KOH)=5 g/L。称取 5 g 氢氧化钾(4.1.2.1),溶解于 1 000 mL 水中,混匀。

4.1.2.11 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=10\text{ g/L}$ 。称取 5.0 g 硼氢化钾(4.1.2.2),溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(4.1.2.10)中,混匀(此溶液于 4℃冰箱中可保存 10 d,常温下应当日使用)。

4.1.2.12 重铬酸钾-硝酸溶液: $\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{-HNO}_3)=0.5\text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 重铬酸钾(4.1.2.3),溶解于 1 000 mL 硝酸溶液(4.1.2.9)中。

4.1.2.13 汞标准储备溶液: $\rho(\text{Hg})=1\ 000\ \mu\text{g/mL}$ 。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

4.1.2.14 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=10\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取汞标准储备溶液(4.1.2.13)10.00 mL,用重铬酸钾-硝酸溶液(4.1.2.12)定容至 1 000 mL,混匀。

4.1.2.15 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=0.1\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取汞标准溶液(4.1.2.14)10.00 mL,用重铬酸钾-硝酸溶液(4.1.2.12)定容至 1 000 mL,混匀。

4.1.2.16 氙气:纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 原子荧光光度计,配有汞空心阴极灯。

4.1.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250℃内可调。

4.1.3.3 分析天平:分度值为 0.000 1 g。

4.1.3.4 常规实验室仪器设备。

4.1.4 样品

4.1.4.1 试样制备

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 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 尼龙试验筛),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(4.1.2.6)(保证消化完全前提下,根据试样具体情况可适当增减王水加入量),盖上表面皿,于 150℃~200℃可调式电热板上消化 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 3 次以上,合并于滤液中,加入 3 mL 盐酸溶液(4.1.2.8),用水定容,混匀待测。

注:有机物含量较高样品建议加入王水浸泡过夜后加热消化。

4.1.5 试验步骤

4.1.5.1 仪器条件

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;氙气流速 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;载流为盐酸溶液(4.1.2.7)和硼氢化钾溶液(4.1.2.11)。

4.1.5.2 标准曲线的制作

吸取汞标准溶液(4.1.2.15)0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 于 6 个 50 mL 容量瓶中,加入 3 mL 盐酸溶液(4.1.2.8),用水定容,混匀。此标准系列溶液汞的质量浓度为 0.00 ng/mL、0.40 ng/mL、0.80 ng/mL、1.20 ng/mL、1.60 ng/mL、2.00 ng/mL。以汞的质量浓度为 0.00 ng/mL 的标准溶液为参比,测定各标准溶液的原子荧光强度。以各标准溶液汞的质量浓度(ng/mL)为横坐标、相应的原子荧光强度为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

4.1.5.3 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,测定试样溶液的原子荧光强度,在标准曲线上查出相应汞的质量浓度(ng/mL)。

4.1.5.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备(4.1.4.2)与试样溶液的测定(4.1.5.3)。

4.1.6 试验数据处理

试样中汞(Hg)含量 ω_1 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 50}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——由标准曲线查出的试样溶液汞的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液汞的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 50——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g);
- 10^3 ——将克换算成毫克的系数。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

4.1.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 1 的要求。

表 1 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

汞的质量分数,mg/kg	$0.2 \leq \omega < 2.5$	$2.5 \leq \omega \leq 4.0$	$\omega > 4.0$
相对相差, %	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差(%)是 2 次测定结果的绝对差值与 2 次测量结果的算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 2 的要求。

表 2 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

4.2 砷、汞同时测定 原子荧光光谱法

按照附录 A 的规定执行。

5 砷含量的测定

5.1 原子荧光光谱法

5.1.1 原理

试样经消化后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷。在酸性介质中,硼氢化钾使砷还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中,在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。

5.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

- 5.1.2.1 氢氧化钾(KOH):优级纯。
- 5.1.2.2 硼氢化钾(KBH₄):优级纯。
- 5.1.2.3 硫脲(NH₂CSNH₂):优级纯。
- 5.1.2.4 盐酸:优级纯。
- 5.1.2.5 硝酸:优级纯。
- 5.1.2.6 王水:将盐酸(5.1.2.4)与硝酸(5.1.2.5)按体积比 3 : 1 混合,放置 20 min 后使用。

5.1.2.7 盐酸溶液: $\rho(\text{HCl})=3\%$ 。量取 30 mL 盐酸(5.1.2.4),缓慢加入到约 970 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.1.2.8 盐酸溶液: $\rho(\text{HCl})=50\%$ 。量取 50 mL 盐酸(5.1.2.4),缓慢加入到约 50 mL 水中,用水稀释至 100 mL,混匀。

5.1.2.9 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=5\text{ g/L}$ 。称取 5 g 氢氧化钾(5.1.2.1),溶解于 1 000 mL 水中,混匀。

5.1.2.10 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=20\text{ g/L}$ 。称取 10.0 g 硼氢化钾(5.1.2.2),溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5.1.2.9)中,混匀(此溶液于 4 °C 冰箱中可保存 10 d,常温下应当日使用)。

5.1.2.11 硫脲溶液: $\rho(\text{NH}_2\text{CSNH}_2)=50\text{ g/L}$ 。称取 50.0 g 硫脲(5.1.2.3),溶解于 1 000 mL 水中,混匀,现用现配。

5.1.2.12 砷标准储备溶液: $\rho(\text{As})=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

5.1.2.13 砷标准溶液: $\rho(\text{As})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取砷标准储备溶液(5.1.2.12)10.00 mL,用盐酸溶液(5.1.2.7)定容至 100 mL,混匀。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

5.1.2.14 砷标准溶液: $\rho(\text{As})=1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取砷标准溶液(5.1.2.13)10.00 mL,用水定容至 1 000 mL,混匀。

5.1.2.15 氩气:纯度 $\geq 99.995\%$ 。

5.1.3 仪器设备

5.1.3.1 原子荧光光度计,配有砷空心阴极灯。

5.1.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 °C 内可调。

5.1.3.3 分析天平:分度值为 0.000 1 g。

5.1.3.4 常规实验室仪器设备。

5.1.4 样品

5.1.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

5.1.4.2 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(5.1.2.6)(保证消化完全前提下,根据试样具体情况可适当增减王水加入量),盖上表面皿,于 150 °C~200 °C 可调式电热板上消化。烧杯内容物近干时,用滴管滴加盐酸(5.1.2.4)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 mL 硫脲溶液(5.1.2.11)和 3 mL 盐酸溶液(5.1.2.8),用水定容,混匀,放置至少 30 min 后测试。

注:有机物含量较高样品建议加入王水浸泡过夜后加热消化。

5.1.5 试验步骤

5.1.5.1 仪器条件

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 °C;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;载流为盐酸溶液(5.1.2.7)和硼氢化钾溶液(5.1.2.10)。

5.1.5.2 标准曲线的制作

吸取砷标准溶液(5.1.2.14)0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 于 6 个 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硫脲溶液(5.1.2.11)和 3 mL 盐酸溶液(5.1.2.8),用水定容,混匀。此标准系列溶液砷的质量浓度为 0.00 ng/mL、10.00 ng/mL、20.00 ng/mL、30.00 ng/mL、40.00 ng/mL、50.00 ng/mL。以砷的质量浓度为 0.00 ng/mL 的标准溶液为参比,测定各标准溶液的原子荧光强度。

以各标准溶液中砷的质量浓度(ng/mL)为横坐标、相应的原子荧光强度为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

5.1.5.3 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,在标准曲线上查出相应砷的质量浓度(ng/mL)。

5.1.5.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备(5.1.4.2)与试样溶液的测定(5.1.5.3)。

5.1.6 试验数据处理

试样中砷(As)含量 ω_2 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(2)计算。

$$\omega_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 50}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ ——由标准曲线查出的试样溶液砷的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液砷的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 50 ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- 10^3 ——将克换算成毫克的系数。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

5.1.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 3 的要求。

表 3 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

砷的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq \omega < 5.0$	$5.0 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
相对相差,%	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果的绝对差值与 2 次测量结果的算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 4 的要求。

表 4 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

5.2 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

按照 GB/T 7686 的规定执行。

5.3 砷、汞同时测定 原子荧光光谱法

按照附录 A 的规定执行。

5.4 电感耦合等离子体质谱法

按照附录 B 的规定执行。

6 镉含量的测定

6.1 原子吸收分光光度法

6.1.1 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。

6.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

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 镉标准储备溶液: $\rho(\text{Cd})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。可采用经国家认证并授予标准物质证书的元素标准储备液。

6.1.2.5 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=100\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准储备溶液(6.1.2.4)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(6.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

6.1.2.6 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=10\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准溶液(6.1.2.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(6.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

6.1.2.7 溶解乙炔:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

6.1.3 仪器设备

6.1.3.1 原子吸收分光光度计,配有空气-乙炔燃烧器及镉空心阴极灯。

6.1.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 °C 内可调。

6.1.3.3 分析天平:分度值为 0.001 g。

6.1.3.4 常规实验室仪器设备。

6.1.4 样品

6.1.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

6.1.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确至 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)(保证消化完全前提下,根据试样具体情况可适当增减王水加入量),盖上表面皿,在 150 °C~200 °C 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。

注:有机物含量较高样品建议加入王水浸泡过夜后加热消化。

6.1.5 试验步骤

6.1.5.1 标准曲线的制作

分别吸取镉标准溶液(6.1.2.6)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(6.1.2.1),用水定容,混匀。此标准系列溶液镉的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、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 $\mu\text{g/mL}$ 。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,以镉的质量浓度为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光度值。

以各标准溶液的镉的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标、相应的吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

6.1.5.2 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,测定其吸光度值,在标准曲线上查出相应镉的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

6.1.5.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备(6.1.4.2)与试样溶液的测定(6.1.5.2)。

6.1.6 试验数据处理

镉(Cd)含量以质量分数 ω_3 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(3)计算。

$$\omega_3 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 50}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：
ρ ——由标准曲线查出的试样溶液中镉的质量浓度的数值，单位为微克每毫升(μg/mL)；
ρ₀ ——由标准曲线查出的空白溶液中镉的质量浓度的数值，单位为微克每毫升(μg/mL)；
D ——测定时试样溶液的稀释倍数；
50——试样溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
m ——试料质量的数值，单位为克(g)。
以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留到小数点后 1 位。

6.1.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 5 的要求。

表 5 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

镉的质量分数,mg/kg	0.5≤ω<5.0	5.0≤ω≤8.0	ω>8.0
相对相差,%	≤50	≤30	≤10
注:相对相差是 2 次测定结果的绝对差值与 2 次测量结果的算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 6 的要求。

表 6 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

6.2 电感耦合等离子体质谱法

按照附录 B 的规定执行。

6.3 电感耦合等离子体发射光谱法

按照附录 C 的规定执行。

7 铅含量的测定

7.1 原子吸收分光光度法

7.1.1 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。

7.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

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 铅标准储备溶液:ρ(Pb)=1 000 μg/mL。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

7.1.2.5 铅标准溶液:ρ(Pb)=50 μg/mL。吸取铅标准储备溶液(7.1.2.4)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(7.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

7.1.2.6 溶解乙炔:纯度≥98.0%。

7.1.3 仪器设备

7.1.3.1 原子吸收分光光度计,配有空气-乙炔燃烧器及铅空心阴极灯。

7.1.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 ℃内可调。

7.1.3.3 分析天平:分度值为 0.001 g。

7.1.3.4 常规实验室仪器设备。

7.1.4 样品

7.1.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

7.1.4.2 试样溶液的制备

见 6.1.4.2。

7.1.5 试验步骤

7.1.5.1 标准曲线的制作

分别吸取铅标准溶液(7.1.2.5) 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL于 7 个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(7.1.2.1),用水定容,混匀。此标准系列溶液铅的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 。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,以铅的质量浓度 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光度值。

以各标准溶液铅的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标、相应的吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

7.1.5.2 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,测定其吸光度值,在标准曲线上查出相应铅的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

7.1.5.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备(7.1.4.2)与试样溶液的测定(7.1.5.2)。

7.1.6 试验数据处理

铅(Pb)含量 ω_4 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(4)计算。

$$\omega_4 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 50}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查出的试样溶液中铅的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液中铅的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50 ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

7.1.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 7 的要求。

表 7 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

铅的质量分数, mg/kg	$10.0 \leq \omega < 20.0$	$20.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
相对相差, %	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果的绝对差值与 2 次测量结果的算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 8 的要求。

表 8 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

7.2 电感耦合等离子体质谱法

按照附录 B 的规定执行。

7.3 电感耦合等离子体发射光谱法

按照附录 C 的规定执行。

8 铬含量的测定

8.1 原子吸收分光光度法

8.1.1 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 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。

8.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

8.1.2.1 焦硫酸钾($K_2S_2O_7$),优级纯。

8.1.2.2 盐酸:优级纯。

8.1.2.3 硝酸:优级纯。

8.1.2.4 王水:将盐酸(8.1.2.2)与硝酸(8.1.2.3)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

8.1.2.5 焦硫酸钾溶液: $\rho(K_2S_2O_7)=100\text{ g/L}$ 。称取 100.0 g 焦硫酸钾(8.1.2.1),溶解于 1 000 mL 水中,混匀。

8.1.2.6 铬标准储备溶液: $\rho(\text{Cr})=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

8.1.2.7 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr})=50\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准储备溶液(8.1.2.6)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(8.1.2.2)5 mL,用水定容,混匀。

8.1.2.8 溶解乙炔:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

8.1.3 仪器设备

8.1.3.1 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。

8.1.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 °C 内可调。

8.1.3.3 分析天平:分度值为 0.001 g。

8.1.3.4 常规实验室仪器设备。

8.1.4 样品

8.1.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

8.1.4.2 试样溶液的制备

见 6.1.4.2。

8.1.5 试验步骤

8.1.5.1 标准曲线的制作

分别吸取铬标准溶液(8.1.2.7)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(8.1.2.2)和 20 mL 焦硫酸钾溶液(8.1.2.5),用水定容,混匀。此标准系列溶液铬的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 。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,以铬的质量浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光度值。

以各标准溶液铬的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标、相应的吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

8.1.5.2 测定

吸取一定量试样溶液于 25 mL 容量瓶内,加入 1 mL 盐酸(8.1.2.2)和 5 mL 焦硫酸钾溶液(8.1.2.5),用水定容,混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下,测定其吸光度值,在标准曲线上查出相应铬的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

8.1.5.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同与试样溶液的制备(8.1.4.2)与试样溶液的测定(8.1.5.2)。

8.1.6 试验数据处理

铬(Cr)含量以 ω_5 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(5)计算。

$$\omega_5 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 50}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- ρ ——由标准曲线查出的试样溶液中铬的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液中铬的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 50 ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

8.1.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 9 的要求。

表 9 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

铬的质量分数, mg/kg	$5.0 \leq \omega < 10.0$	$10.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
相对相差, %	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果的绝对差值与 2 次测量结果的算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 10 的要求。

表 10 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

8.2 电感耦合等离子体质谱法

按照附录 B 的规定执行。

8.3 电感耦合等离子体发射光谱法

按照附录 C 的规定执行。

9 镍含量的测定

9.1 原子吸收分光光度法

9.1.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的镍在空气-乙炔火焰中原子化,所产生的原子蒸气吸收从镍空心阴极灯射出的特征波长 232.0 nm 的光,吸光度值与镍基态原子浓度成正比。

9.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水不低于 GB/T 6682 规定的三级水要求。

9.1.2.1 盐酸:优级纯。

9.1.2.2 硝酸:优级纯。

- 9.1.2.3 王水:将盐酸(9.1.2.1)与硝酸(9.1.2.2)按体积比 3 : 1 混合,放置 20 min 后使用。
- 9.1.2.4 镍标准储备溶液: $\rho(\text{Ni})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。
- 9.1.2.5 镍标准溶液: $\rho(\text{Ni})=50\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取镍标准储备溶液(9.1.2.4)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(9.1.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

9.1.2.6 溶解乙炔:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

9.1.3 仪器设备

9.1.3.1 原子吸收分光光度计,附有空气-乙炔燃烧器及镍空心阴极灯。

9.1.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 °C 内可调。

9.1.3.3 分析天平:分度值为 0.001 g。

9.1.3.4 常规实验室仪器设备。

9.1.4 样品

9.1.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

9.1.4.2 试样溶液的制备

见 6.1.4.2。

9.1.5 试验步骤

9.1.5.1 标准曲线的制作

分别吸取镍标准溶液(9.1.2.5)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 7 个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(9.1.2.1),用水定容,混匀。此标准系列溶液镍的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 。在选定最佳工作条件下,于波长 232.0 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以镍的质量浓度为 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液为参比溶液调零,测定各标准溶液的吸光度值。

以各标准溶液的镍的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标、相应的吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

9.1.5.2 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,测定其吸光度值,在标准曲线上查出相应镍的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

注:使用 232.0 nm 线作为吸收线,存在波长距离很近的镍三线,应选用较窄的光谱通带予以克服。232.0 nm 线处于紫外区,盐类颗粒物、分子化合物产生的光散射和分子吸收比较严重,会影响测定,使用背景校正可以克服这类干扰。如浓度允许,也可采用将试液稀释的方法来减少背景干扰。

9.1.5.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同与试样溶液的制备(9.1.4.2)与试样溶液的测定(9.1.5.2)。

9.1.6 试验数据处理

镍(Ni)含量以 ω_6 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(6)计算。

$$\omega_6 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 50}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查出的试样溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液中镍的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50 ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

本部分方法的检出限见附录 D。

9.1.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 11 的要求。

表 11 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

镍的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq \omega < 10.0$	$10.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
相对相差,%	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果的绝对差值与 2 次测量结果的算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 12 的要求。

表 12 不同实验室测定结果的相对相差要求

镍的质量分数,mg/kg	$10.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
相对相差,%	≤ 100	≤ 50

9.2 电感耦合等离子体质谱法

按照附录 B 的规定执行。

9.3 电感耦合等离子体发射光谱法

按照附录 C 的规定执行。

10 废物处理

实验产生的废液应集中收集,统一保管,做好相应标识,并分类进行无害化处理。

附录 A

(规范性)

肥料 汞、砷含量的同时测定 原子荧光光谱法

A.1 原理

试样经消化后,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,由氩气载入石英原子化器中,在汞、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、砷质量浓度成正比特性,对汞、砷进行测定。本方法适合于二者浓度差不大于 1 000 倍的样品。

A.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

A.2.1 氢氧化钾(KOH):优级纯。

A.2.2 硼氢化钾(KBH_4):优级纯。

A.2.3 硫脲(NH_2CSNH_2):优级纯。

A.2.4 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$):优级纯。

A.2.5 盐酸:优级纯。

A.2.6 硝酸:优级纯。

A.2.7 王水:将盐酸(A.2.5)与硝酸(A.2.6)按体积比 3:1 混合,放置 20 min 后使用。

A.2.8 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=3\%$ 。量取 30 mL 盐酸(A.2.5),缓慢加入到约 970 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

A.2.9 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$ 。量取 50 mL 盐酸(A.2.5),缓慢加入到约 50 mL 水中,用水稀释至 100 mL,混匀。

A.2.10 硝酸溶液: $\varphi(\text{HNO}_3)=3\%$ 。量取 30 mL 硝酸(A.2.6),缓慢加入到约 970 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

A.2.11 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=5\text{ g/L}$ 。称取 5 g 氢氧化钾(A.2.1),溶解于 1 000 mL 水中,混匀。

A.2.12 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=20\text{ g/L}$ 。称取硼氢化钾(A.2.2)10.0 g,溶于 500 mL 氢氧化钾溶液(A.2.11)中,混匀(此溶液于 4 °C 冰箱中可保存 10 d,常温下应当日使用)。

A.2.13 硫脲溶液: $\rho(\text{NH}_2\text{CSNH}_2)=50\text{ g/L}$ 。称取 50.0 g 硫脲(A.2.3),溶解于 1 000 mL 水中,混匀,现用现配。

A.2.14 重铬酸钾-硝酸溶液: $\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=50\text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 重铬酸钾(A.2.4)溶解于 1 000 mL 硝酸溶液(A.2.10)中。

A.2.15 汞标准储备溶液: $\rho(\text{Hg})=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

A.2.16 砷标准储备溶液: $\rho(\text{As})=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

A.2.17 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取汞标准储备溶液(A.2.15)10.00 mL,用重铬酸钾-硝酸溶液(A.2.14)定容至 1 000 mL,混匀。

A.2.18 汞标准溶液: $\rho(\text{Hg})=0.1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。吸取汞标准溶液(A.2.17)10.00 mL,用重铬酸钾-硝酸溶液(A.2.14)定容至 1 000 mL,混匀。

A. 2. 19 砷标准溶液： $\rho(\text{As}) = 100 \mu\text{g/mL}$ 。吸取砷标准储备溶液(A. 2. 16) 10.00 mL，用盐酸溶液(A. 2. 8)定容至 100 mL，混匀。可使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

A. 2. 20 砷标准溶液： $\rho(\text{As}) = 1 \mu\text{g/mL}$ 。吸取砷标准溶液(A. 2. 19) 10.00 mL，用水定容至 1 000 mL，混匀。

A. 2. 21 氙气：纯度 $\geq 99.995\%$ 。

A. 3 仪器设备

A. 3. 1 原子荧光光度计，配有砷、汞空心阴极灯。

A. 3. 2 可调式电热板：温度在室温至 250 °C 内可调。

A. 3. 3 分析天平：分度值为 0.000 1 g。

A. 3. 4 常规实验室仪器设备。

A. 4 样品

A. 4. 1 试样的制备

见 4. 1. 4. 1。

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. 7)(保证消化完全前提下，根据试样具体情况可适当增减王水加入量)，盖上表面皿，于 150 °C~200 °C 可调式电热板上消化。烧杯内容物近干时，用滴管滴加盐酸(A. 2. 5)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. 13)和 3 mL 盐酸溶液(A. 2. 9)，用水定容，混匀，放置至少 30 min 后测试。

注：有机物含量较高样品建议加入王水浸泡过夜后加热消化。

A. 5 试验步骤

A. 5. 1 混合标准曲线的制作

吸取汞标准溶液(A. 2. 18) 0.00 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. 20) 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 于 6 个 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硫脲溶液(A. 2. 13)和 3 mL 盐酸溶液(A. 2. 9)，用水定容，混匀。此混合标准系列溶液的质量浓度为：汞 0.00 ng/mL、0.40 ng/mL、0.80 ng/mL、1.20 ng/mL、1.60 ng/mL、2.00 ng/mL；砷 0.00 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，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 °C；高度 9 mm；氙气流速 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. 8)和硼氢化钾溶液(A. 2. 12)为载流，汞、砷质量浓度为 0.00 ng/mL 的标准溶液为参比溶液调零，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，制作标准曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

A. 5. 2 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，在标准曲线上查出相应汞、砷的质量浓度(ng/mL)。

A. 5. 3 空白试验

除不加试样外，其他步骤同与试样溶液的制备(A. 4. 2)与试样溶液的测定(A. 5. 2)。

A.6 试验数据处理

汞(Hg)或砷(As)含量 ω 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(A.1)计算。

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

式中:

- ρ ——由标准曲线查出的试样溶液汞或砷的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液汞或砷的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 50 ——试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- 10^3 ——将克换算成毫克的系数。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

A.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 A.1 的要求。

表 A.1 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

汞的质量分数,mg/kg	$0.2 \leq \omega < 2.5$	$2.5 \leq \omega \leq 4.0$	$\omega > 4.0$
砷的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq \omega < 5.0$	$5.0 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
相对相差,%	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果绝对差值与 2 次测量结果算术平均值之比乘以 100。			

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 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

附录 B

(规范性)

肥料 砷、镉、铅、铬、镍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

B.1 原理

样品经酸消化后,试样溶液经过蠕动泵提升,从雾化系统由载气送入电感耦合等离子体(ICP)炬焰中,经过蒸发、解离、原子化、电离等过程转化为带正电荷的离子,经离子采集系统进入质谱仪(MS),质谱仪根据离子的质荷比进行分离。在一定的浓度范围内,待测元素浓度与其质量数所对应的质谱信号强度成正比。通过测定质谱的信号强度(CPS)对试样溶液中的待测元素进行定量分析。

B.2 试剂与材料

除非另有说明,所使用的试剂均为优级纯或以上等级的试剂,实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。所用试剂和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 2843 的规定执行。

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 硝酸溶液: $\rho(\text{HNO}_3)=1\%$ 。量取 10 mL 硝酸(B.2.2),缓慢加入到约 990 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

B.2.5 元素标准储备溶液: $\rho(\text{As})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Cd})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Pb})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Cr})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Ni})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

B.2.6 内标元素储备溶液:钪(^{45}Sc)、锗(^{72}Ge)、钇(^{89}Y)、铟(^{115}In)、铑(^{103}Rh)、铼(^{185}Re)、铋(^{209}Bi)混合溶液或者单元素溶液,各元素质量浓度 $\rho=10\ \mu\text{g/mL}$ 。内标元素根据待测样品情况进行选择。

B.2.7 内标元素溶液:准确移取内标元素储备溶液(B.2.6)用硝酸溶液(B.2.4)逐级稀释至 $\rho=0.5\ \mu\text{g/mL}$ 。

B.2.8 质谱仪调谐液:锂(^7Li)、钴(^{59}Co)、钇(^{89}Y)、铈(^{140}Ce)和铊(^{205}Tl)混合溶液,各元素质量浓度 $\rho=1\ \mu\text{g/L}$ 。

B.2.9 多元素混合标准溶液:准确移取元素标准储备溶液(B.2.5),用硝酸溶液(B.2.4)逐级稀释至以下浓度: $\rho(\text{As})=1\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Cd})=0.5\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Pb})=2\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Cr})=2\ \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Ni})=2\ \mu\text{g/mL}$ 。现用现配。

B.2.10 高纯氩气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

B.2.11 高纯氮气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

注:可使用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准溶液。

B.3 仪器设备

B.3.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

B.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 °C 内可调。

B.3.3 分析天平:分度值为 0.000 1 g。

B.3.4 常规实验室仪器设备。

B.4 样品

B.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

B.4.2 试样溶液的制备

称取试样 0.2 g ~1 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL~20 mL 王水(B.2.3)(保证消化完全的前提下,根据试样具体情况可适当增减王水加入量),盖上表面皿,在 150 ℃~200 ℃可调式电热板上微沸 30 min 后,移开表面皿继续加热,蒸至近干,取下冷却,用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁,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,用水定容,混匀待测。

注:有机物含量较高的样品建议加入王水浸泡过夜后加热消化。

B.5 试验步骤

B.5.1 ICP-MS 仪器测定参考条件

测定前,根据待测元素性质和仪器性能,进行 ICP-MS 测量条件优化。工作条件可参照表 B.1。

表 B.1 ICP-MS 仪器测定参考工作条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频入射功率	1 200 W~1 600 W	采样锥孔径	1.0 mm
等离子体气流量	15 L/min	截取锥的孔径	0.4 mm
辅助气流量	0.8 L/min	锥的材质	镍锥
载气流量	0.8 L/min	采样深度	8 mm~10 mm
雾化器/雾化室	高盐雾化器/同心雾化器	重复次数	1~3
雾化室温度	2 ℃	测量点/峰	1~3
补偿气流量	0.35 L/min	扫描次数	100
蠕动泵	0.1 r/s	检测器模式	双模
样品稳定时间	40 s	碰撞氦气(He)流量	4.3 L/min
样品提升时间	30 s	四极杆真空度	待机模式 1×10^{-5} Pa ~ 6×10^{-4} Pa, 分析模式 1×10^{-4} Pa ~ 2×10^{-3} Pa

调整仪器工作条件,用调谐液(B.2.8)进行调谐,在调谐仪器达到测定要求后,编辑测定方法,根据待测元素性质选择相应的内标元素溶液(B.2.7)。推荐待测元素的质量数 m/z 及内标元素参见表 B.2。

表 B.2 推荐待测元素的质量数及内标元素

待测元素	As	Cd	Pb	Cr	Ni
质量数, m/z	75	111	206, 207, 208	52	60
内标元素	⁷² Ge/	¹⁰³ Rh/ ¹¹⁵ In	¹⁸⁵ Re/ ²⁰⁹ Bi	⁴⁵ Sc/ ⁷² Ge	⁴⁵ Sc/ ⁷² Ge

推荐使用氦气碰撞/反应池技术消除测定干扰。若不具备碰撞/反应池的条件,采用干扰校正方程对铅、镉、砷的测定结果进行校正,推荐元素干扰校正方程见表 B.3。测定铅时,无论是否采用碰撞/反应池技术,均应采用校正方程。

表 B.3 推荐元素干扰校正方程

同位素	推荐的校正方程
⁷⁵ As	$[^{75}\text{As}] = [75] - 3.127 \times [77] + 2.548\,5 \times [82] - 2.571\,4 [83]$
¹¹¹ Cd	$[^{111}\text{Cd}] = [111] - 1.073 \times [108] + 0.763\,976 \times [106]$
¹¹¹ Cd	$[^{111}\text{Cd}] = [114] - 0.026\,83 \times [118]$
²⁰⁸ Pb	$[^{208}\text{Pb}] = [206] + [207] + [208]$

注:[X]为质量数 X 的质谱信号强度(离子每秒计数值 CPS)。

B.5.2 混合标准曲线的制作

准确移取 0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 多元素混合标准溶液(B.2.9),分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(B.2.4)稀释至刻度,摇匀。此标准系列溶液砷的质量浓度分别为 0.00 ng/mL、2.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL、100.0 ng/mL、200.0 ng/mL,镉的浓度分别为 0.00 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL,铅、铬、镍的质量浓度均为 0.00 ng/mL、4.0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL、80.0 ng/mL、200.0 ng/mL、400.0 ng/mL。依次将标准各系列溶液注入电感耦合等离子体质谱仪,测定待测元素和内标元素的质谱信号强度(CPS),以各元素标准溶液的质量浓度(ng/mL)为横坐标、相应待测元素和内标元素的质谱信号强度比值为纵坐标,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

B.5.3 测定

将试样溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中,测定待测元素和内标元素的质谱信号强度(CPS)值,得到待测元素和内标元素的质谱信号强度比值,在标准曲线上查出相应的质量浓度。使用仪器蠕动泵在线加入内标溶液。

注:若试样溶液中待测元素的质量浓度超出标准曲线范围,应用硝酸溶液(B.2.4)适当稀释后重新测定。

B.5.4 空白试验

除不加试样外,其他步骤同与试样溶液的制备(B.4.2)与试样溶液的测定(B.5.3)。

B.6 试验数据处理

待测元素含量 ω 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(B.1)计算。

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

式中:

- ρ ——由标准曲线查出的试样溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 50——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。
- 10^3 ——将克换算成毫克的系数。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

本部分方法的检出限见附录 D。

B.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 B.4 的要求。

表 B.4 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

砷的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq \omega < 2.5$	$2.5 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
镉的质量分数,mg/kg	$0.5 \leq \omega < 2.5$	$2.5 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
铅的质量分数,mg/kg	$1.0 \leq \omega < 5.0$	$5.0 \leq \omega \leq 20.0$	$\omega > 20.0$
铬的质量分数,mg/kg	$1.0 \leq \omega < 5.0$	$5.0 \leq \omega \leq 20.0$	$\omega > 20.0$
镍的质量分数,mg/kg	$1.0 \leq \omega < 5.0$	$5.0 \leq \omega \leq 20.0$	$\omega > 20.0$
相对相差,%	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果绝对差值与 2 次测定结果算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差符合表 B.5 的要求。

表 B.5 不同实验室测定结果的相对相差要求

砷的质量分数,mg/kg	$2.5 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
镉的质量分数,mg/kg	$2.5 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
铅的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq \omega \leq 20.0$	$\omega > 20.0$
铬的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq \omega \leq 20.0$	$\omega > 20.0$
镍的质量分数,mg/kg	$5.0 \leq \omega \leq 20.0$	$\omega > 20.0$
相对相差, %	≤ 100	≤ 50

附录 C

(规范性)

肥料 镉、铅、铬、镍含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

C.1 原理

试样经王水消化后,试样溶液中的镉、铅、铬、镍在电感耦合等离子体(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、镍原子浓度成正比。

C.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂和溶液的配制均应符合 HG/T 2843 的规定;实验室用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水要求。

C.2.1 盐酸:优级纯。

C.2.2 硝酸:优级纯。

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

C.2.4 盐酸溶液: $\rho(\text{HCl})=50\%$ 。量取 50 mL 盐酸(C.2.1),缓慢加入到约 50 mL 水中,用水稀释至 100 mL,混匀。

C.2.5 镉标准储备溶液: $\rho(\text{Cd})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

C.2.6 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=100\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准储备溶液(C.2.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(C.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

C.2.7 镉标准溶液: $\rho(\text{Cd})=20\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取镉标准溶液(C.2.6)20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(C.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

C.2.8 铅标准储备溶液: $\rho(\text{Pb})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

C.2.9 铅标准溶液: $\rho(\text{Pb})=50\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取铅标准储备溶液(C.2.8)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(C.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

C.2.10 铬标准储备溶液: $\rho(\text{Cr})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

C.2.11 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr})=100\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准储备溶液(C.2.10)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(C.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

C.2.12 铬标准溶液: $\rho(\text{Cr})=20\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取铬标准溶液(C.2.11)20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(C.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

C.2.13 镍标准储备溶液: $\rho(\text{Ni})=1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

C.2.14 镍标准溶液: $\rho(\text{Ni})=50\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取镍标准储备溶液(C.2.13)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(C.2.1)5 mL,用水定容,混匀。

C.2.15 氩气:纯度 $\geq 99.995\%$ 。

注:可使用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准溶液。

C.3 仪器设备

C.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

C.3.2 可调式电热板:温度在室温至 250 °C 内可调。

C.3.3 分析天平:分度值为 0.001 g。

C.3.4 常规实验室仪器设备。

C.4 样品

C.4.1 试样的制备

见 4.1.4.1。

C.4.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g~5 g(精确至 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(C.2.3)(保证消化完全的前提下,根据试样具体情况可适当增减王水加入量),盖上表面皿,在 150 °C~200 °C 可调式电热板上煮沸 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(C.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。

注:有机物含量较高的样品建议加入王水浸泡过夜后加热消化。

C.5 试验步骤

C.5.1 混合标准曲线的制作

分别吸取镉标准溶液(C.2.7)、铅标准溶液(C.2.9)、铬标准溶液(C.2.12)和镍标准溶液(C.2.14) 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 6 个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸(C.2.1),用水定容,混匀。此标准系列溶液镉的质量浓度分别为 0.00 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 0.00 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 0.00 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL、1.60 μg/mL、2.00 μg/mL;镍的质量浓度分别为 0.00 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 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,用电感耦合等离子体发射光谱仪在各元素特征波长处(参考波长:镉:214.439 nm;铅:220.353 nm;铬:267.716 nm;镍:231.604 nm)测定各标准溶液的辐射强度。以各元素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,制作标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

C.5.2 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,在标准曲线上查出相应的质量浓度(μg/mL)。

C.5.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同与试样溶液的制备(C.4.2)与试样溶液的测定(C.5.2)。

C.6 试验数据处理

待测元素含量 ω 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(C.1)计算。

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

式中:

ρ ——由标准曲线查出的试样溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0 ——由标准曲线查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

50 ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留到小数点后 1 位。

C.7 精密度

在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差应符合表 C.1 的要求。

表 C.1 在重复条件下获得的 2 次独立测定结果的相对相差要求

镉的质量分数,mg/kg	$0.5 < \omega < 5.0$	$5.0 \leq \omega \leq 8.0$	$\omega > 8.0$
铅的质量分数,mg/kg	$10.0 < \omega < 20.0$	$20.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
铬的质量分数,mg/kg	$5.0 < \omega < 10.0$	$10.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
镍的质量分数,mg/kg	$5.0 < \omega < 10.0$	$10.0 \leq \omega \leq 40.0$	$\omega > 40.0$
相对相差, %	≤ 50	≤ 30	≤ 10
注:相对相差是 2 次测定结果绝对差值与 2 次测量结果算术平均值之比乘以 100。			

不同实验室测定结果的相对相差应符合表 C.2 的要求。

表 C.2 不同实验室测定结果的相对相差要求

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

附 录 D
(资料性)
方法检出限和定量限数据汇总

表 D.1 为固体称重量为 0.2 g,定容体积 50 mL,液体称重量 1.0 g,定容体积 50 mL,电感耦合等离
子体质谱法测定肥料中砷、镉、铅、铬、镍的方法检出限和定量限。

表 D.1 电感耦合等离子体质谱法测定肥料中砷、镉、铅、铬、镍的方法检出限和定量限

单位为毫克每千克

元素	样品种类	检出限	定量限
Cr	固体	0.018	0.061
	液体	0.004	0.012
Ni	固体	0.050	0.167
	液体	0.010	0.033
As	固体	0.008	0.025
	液体	0.002	0.005
Cd	固体	0.005	0.016
	液体	0.001	0.003
Pb	固体	0.021	0.069
	液体	0.004	0.014

表 D.2 为当固体试样称样量为 2.00 g,定容体积 50 mL,液体试样称样量 5.00 g,定容体积 50 mL,
原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法测定肥料中镍的方法检出限和定量限。

表 D.2 原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法测定肥料中镍的方法检出限和定量限

单位为毫克每千克

测定方法	样品种类	检出限	定量限
原子吸收光谱法	固体	0.52	1.72
	液体	0.21	0.69
电感耦合等离子体发射光谱法	固体	0.57	1.85
	液体	0.22	0.37