

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3424—2019

---

## 水溶肥料 无机砷和有机砷含量的测定

Water-soluble fertilizers—Determination of inorganic arsenic and  
organic arsenic contents

2019-01-17 发布

2019-09-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、中国农学会、中国植物营养与肥料学会、土壤肥料产业联盟。

本标准主要起草人：刘红芳、黄均明、保万魁、韩岩松、刘蜜、侯晓娜、林茵。

# 水溶肥料 无机砷和有机砷含量的测定

## 1 范围

本标准规定了采用液相色谱-原子荧光光谱法测定水溶肥料中无机砷含量的试验方法和有机砷含量的差减方法。

本标准适用于水溶肥料中无机砷和有机砷含量的测定。

## 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实验方法

HG/T 3696 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

NY/T 1978 肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

## 3 无机砷含量的测定 液相色谱-原子荧光光谱法

### 3.1 原理

肥料中无机砷经稀王水提取后,经液相色谱进行分离,分离后的目标物在酸性环境下与  $\text{KBH}_4$  反应,生成气态砷化合物,用原子荧光光谱仪检测,外标法定量。

### 3.2 试剂和材料

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 3696 的规定执行,水符合 GB/T 6682 中一级水要求。

3.2.1 盐酸,优级纯。

3.2.2 硝酸,优级纯。

3.2.3 三氧化二砷( $\text{As}_2\text{O}_3$ )标准品:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.2.4 砷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{AsO}_4$ )标准品:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.2.5 盐酸溶液: $\rho(\text{HCl})=5\%$ 。

3.2.6 王水:将盐酸(3.2.1)与硝酸(3.2.2)按体积比 3:1 混合。

3.2.7 王水溶液: $\rho(\text{HCl})=1\%$ 。将王水(3.2.6)与水按体积比 1:99 混合。

3.2.8 磷酸氢二钠和磷酸二氢钾混合溶液: $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=5\text{ mmol/L}$ , $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=44.5\text{ mmol/L}$ 。过微孔滤膜(3.3.4)后备用,现配现用。

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

3.2.10 氢氧化钾溶液: $\rho(\text{KOH})=100\text{ g/L}$ 。

3.2.11 硼氢化钾溶液: $\rho(\text{KBH}_4)=20\text{ g/L}$ 。称取 20 g 硼氢化钾,用氢氧化钾溶液(3.2.9)溶解并定容至 1 000 mL,现配现用。

3.2.12 亚砷酸盐[As(III)]标准储备液: $\rho[\text{As(III)}]=100\text{ mg/L}$ ,按 As 计。准确称取三氧化二砷(3.2.3)0.013 2 g,加氢氧化钾溶液(3.2.10)1 mL 和少量水溶解,转入 100 mL 容量瓶中,加入适量盐酸(3.2.1)调节其酸度近中性,用水定容,现配现用。

3.2.13 砷酸盐[As(V)]标准储备液: $\rho[\text{As(V)}]=100\text{ mg/L}$ ,按 As 计。准确称取砷酸二氢钾



(3.2.4) 0.024 0 g,加水溶解,转入 100 mL 容量瓶中,用水定容,现配现用。

3.2.14 As(Ⅲ)和 As(V)混合标准溶液: $\rho[\text{As(Ⅲ)}]=1.00\text{ mg/L}$ , $\rho[\text{As(V)}]=1.00\text{ mg/L}$ ,均按 As 计。分别吸取 100 mg/L As(Ⅲ)标准储备液(3.2.12)和 As(V)标准储备液(3.2.13)各 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,现配现用。

注:亚砷酸盐[As(Ⅲ)]标准储备液和砷酸盐[As(V)]标准储备液可购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

### 3.3 仪器和设备

3.3.1 通常实验室仪器。

3.3.2 液相色谱-原子荧光光谱联用仪(LC-AFS):由液相色谱仪与原子荧光光谱仪组成。

3.3.3 离心机:转速可达 8 000 r/min。

3.3.4 微孔滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ ,水系。

### 3.4 分析步骤

#### 3.4.1 试样的制备

固体样品缩分至约 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 孔径试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经摇动均匀后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

#### 3.4.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g~2 g(精确至 0.000 1 g)混合均匀的试样于 50 mL 塑料离心管中,加入 20 mL 王水溶液(3.2.7),在室温下水浴超声 30 min,取出,放至室温,置于离心机中以 8 000 r/min 的转速离心 10 min,过微孔滤膜后,待测。

#### 3.4.3 仪器参考条件

##### 3.4.3.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱:阴离子交换色谱柱,10  $\mu\text{m}$ ,4.1 mm $\times$ 250 mm,柱子填充剂为苯乙烯-二乙烯基苯聚合物,或相当者。阴离子交换色谱保护柱,10  $\mu\text{m}$ ,4.1 mm $\times$ 10 mm,柱子填充剂为苯乙烯-二乙烯基苯聚合物,或相当者。
- 流动相:磷酸氢二钠和磷酸二氢钾混合溶液(3.2.8)。
- 流速:1.0 mL/min。
- 柱温:室温。
- 进样量:100  $\mu\text{L}$ 。

##### 3.4.3.2 原子荧光检测参考条件

- 负高压:300 V;
- 砷灯总电流:60 mA;
- 主电流/辅助电流:30/30;
- 原子化方式:火焰原子化;
- 载液:盐酸溶液(3.2.5),流速 4 mL/min;
- 还原剂:硼氢化钾溶液(3.2.11),流速 4 mL/min;
- 载气流速:400 mL/min;
- 屏蔽气流速:800 mL/min。

#### 3.4.4 标准曲线的绘制

分别吸取 As(Ⅲ)和 As(V)混合标准溶液(3.2.14)0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、0.80 mL、1.00 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中,用水定容。该标准系列溶液浓度分别为 0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、80 ng/mL 和 100 ng/mL。过微孔滤膜后,按浓度由低到高进样检测,以标准系列溶液

质量浓度(ng/mL)为横坐标、以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。标准溶液色谱图参见附录 A。

注:可根据不同仪器灵敏度或样品含量调整标准系列溶液的质量浓度。

3.4.5 试样溶液的测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下测定,在标准曲线上查出相应的质量浓度(ng/mL)。

3.4.6 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

3.5.1 三价砷 As(Ⅲ)和五价砷 As(V)含量分别以质量分数  $\omega_1$  和  $\omega_2$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算。

$$\omega_i = \frac{(\rho - \rho_0)VD \times 10^{-6}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\omega_i$  ——三价砷 As(Ⅲ)或五价砷 As(V)含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\rho$  ——由标准曲线查出的试样溶液 As(Ⅲ)/As(V)的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $\rho_0$  ——由标准曲线查出的空白溶液 As(Ⅲ)/As(V)的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- $V$  ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);
- $D$  ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- $10^{-6}$  ——将纳克换算成毫克的系数,以毫克每纳克(mg/ng)表示;
- $m$  ——试料的质量,单位为克(g);
- $10^{-3}$  ——将克换算成千克的系数,以千克每克(kg/g)表示。

取 2 次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 1 位。

3.5.2 无机砷含量以质量分数  $\omega$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算。

$$\omega = \omega_1 + \omega_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\omega_1$  ——三价砷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega_2$  ——五价砷含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

3.6 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果允许差应符合表 1 的要求。

表 1

无机砷质量分数( $\omega$ ),mg/kg	平行测定结果的相对相差,%	不同实验室结果的相对相差,%
$0.5 \leq \omega < 5.0$	$\leq 40$	/
$5.0 \leq \omega < 8.0$	$\leq 20$	$\leq 80$
$\omega \geq 8.0$	$\leq 10$	$\leq 40$

注:相对相差为 2 次测量值相差与 2 次测量值均值之比。

4 有机砷含量的测定 差减法

有机砷含量以质量分数  $\omega_3$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(3)计算。

$$\omega_3 = \omega_4 - \omega \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\omega_4$  ——总砷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega$  ——无机砷含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

其中总砷含量的测定按 NY/T 1978 的规定执行,无机砷含量的测定按第 3 章的规定执行。



附录 A

(资料性附录)

As(Ⅲ)和 As(Ⅴ)标准溶液色谱图

As(Ⅲ)和 As(Ⅴ)标准溶液色谱图见图 A.1。

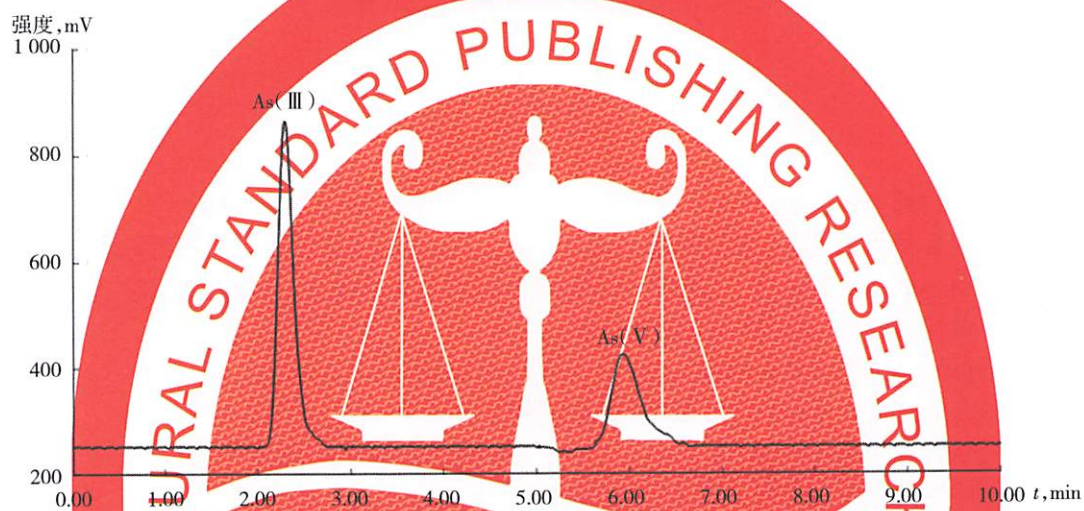


图 A.1 50 ng/mL As(Ⅲ)和 As(Ⅴ)标准溶液色谱图

中 华 人 民 共 和 国  
农 业 行 业 标 准  
水溶肥料 无机砷和有机砷含量的测定  
NY/T 3424—2019

\* \* \*

中 国 农 业 出 版 社 出 版  
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)  
(邮政编码:100125 网址:www.ccap.com.cn)  
北 京 印 刷 一 厂 印 刷  
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

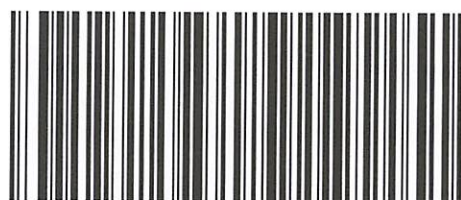
\* \* \*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2019 年 5 月第 1 版 2019 年 5 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·4780

定价: 18.00 元



NY/T 3424—2019

版权专有 侵权必究  
举报电话: (010) 59194261