



中华人民共和国国家标准

GB 18877—2002

有机-无机复混肥料

Organic-inorganic compound fertilizers

2002-11-18 发布

2003-06-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

有机-无机复混肥料

前 言

本标准第4章、第6章、第7章、第8章为强制性条款,其余为推荐性条款。

为了保护土壤质量、维护生态平衡、保障人体健康、促进农业发展、统一有机-无机复混肥料的质量技术依据,根据我国有机-无机复混肥料生产应用的实际情况制定本标准。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准起草单位:深圳市芭田生态工程股份有限公司、国家化肥质量监督检验中心(上海)、深圳市化肥农药农产品质量监督检验站。

本标准主要起草人:黄培钊、刘刚、周向阳、范宾、金肇熙、朱兆华、郝纪元。

本标准是首次发布。

GB/T 8190—1987 化学试剂 纯度和试验方法(总则)

GB/T 1358—1997 肥料有效性的测定方法和判定方法

GB/T 6272—1995 化肥化工产品标准

GB/T 17349—1998 化工产品中磷含量的测定方法

GB 755—1987 食品无害化卫生标准

GB 8172—1987 化肥产品质量标准

GB 836—1987 固体化学肥料包装

GB/T 8572—1987 复混肥料中有效成分含量的测定

GB/T 8573—1987 复混肥料中有效成分含量的测定(水、水、水)

GB 15943—1995 复混肥料、复合肥料

GB/T 17967—1999 有机-无机复混肥料中有效成分的测定

GB/T 1776—1987 有机-无机复混肥料中有效成分的测定

GB 18882—2001 肥料标识 通则

HG/T 2843—1994 化肥产品 化学分析中常用试剂、溶液、标准溶液、试验液和指示剂溶液

产品质量监督检验机构和产品质量检验管理办法

术语和定义

肥料 Fertilizer

以提供植物养分为其主要功能的物料

无机(矿质)肥料 Inorganic (mineral) Fertilizer

肥料部分是无机盐形式的肥料,由萃取、物理和(或)化学工业方法制造。

有机肥料 Organic Fertilizer

其养分来源于植物和(或)动物,施于土壤以提供植物营养为其主要功能的含碳物料。

有机-无机复混肥料

1 范围

本标准规定了有机-无机复混肥料的技术要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以畜禽粪便、动植物残体、供农田施用的各种腐熟的城镇生活垃圾(必须符合GB 8172《城镇生活垃圾农用控制标准》的要求)等有机物料经过发酵处理,添加无机肥料制成的有机-无机复混肥料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 610.1 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6670 固体化工产品采样通则

GB/T 7686 化工产品中砷含量测定的通用方法

GB 7959—1987 粪便无害化卫生标准

GB 8172 城镇生活垃圾农用控制标准

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量测定

GB/T 8577 复混肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法

GB 15063—2001 复混肥料(复合肥料)

GB/T 17767.1 有机-无机复混肥料中总氮含量的测定

GB/T 17767.3 有机-无机复混肥料中总钾含量的测定

GB 18382—2001 肥料标识 内容和要求

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

《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》

3 术语及定义

3.1

肥料 fertilizer

以提供植物养分为其主要功效的物料。

3.2

无机(矿物)肥料 inorganic (mineral) fertilizer

标明养分呈无机盐形式的肥料,由提取、物理和(或)化学工业方法制成。

3.3

有机肥料 organic fertilizer

主要来源于植物和(或)动物,施于土壤以提供植物营养为其主要功能的含碳物料。

3.4

有机-无机复混肥料 organic-inorganic compound fertilizer

含有一定量有机肥料的复混肥料。

3.5

总养分 total primary nutrient

总氮、有效五氧化二磷和总氧化钾之和,以质量分数计。

4 要求

4.1 外观:颗粒状或条状产品,无机械杂质。

4.2 有机-无机复混肥料应符合表 1 要求:

表 1

项 目	指 标
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数 ^a /%	≥ 15.0
水分(H ₂ O)的质量分数/%	≤ 10.0
有机质的质量分数/%	≥ 20
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm)/%	≥ 70
酸碱度 pH	5.5~8.0
蛔虫卵死亡率/%	≥ 95
大肠菌值	≥ 10 ⁻¹
含氯离子(Cl ⁻)的质量分数 ^b /%	≤ 3.0
砷及其化合物(以 As 计)的质量分数/%	≤ 0.005 0
镉及其化合物(以 Cd 计)的质量分数/%	≤ 0.001 0
铅及其化合物(以 Pb 计)的质量分数/%	≤ 0.015 0
铬及其化合物(以 Cr 计)的质量分数/%	≤ 0.050 0
汞及其化合物(以 Hg 计)的质量分数/%	≤ 0.000 5
^a 标明的单一养分的质量分数不得低于 2.0%,且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不得大于 1.0%。	
^b 如产品氯离子的质量分数大于 3.0%,并在包装容器上标明“含氯”,该项目可不作要求。	

5 试验方法

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,均应按 HG/T 2843 之规定。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量的测定

按 GB/T 17767.1 规定进行。

5.3 有效五氧化二磷含量的测定

按 GB/T 8573 中规定进行。

5.4 总氧化钾含量的测定

按 GB/T 17767.3 规定进行,取消其中 6.1.2 试液处理中加甲醛溶液的步骤。

5.5 水分测定 卡尔·费休法

按 GB/T 8577 规定进行。

5.6 有机质含量的测定 重铬酸钾容量法

5.6.1 原理

用一定量的重铬酸钾-硫酸溶液,在加热条件下,使有机-无机复混肥料中的有机碳氧化,剩余的重铬酸钾溶液用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液滴定,同时做空白试验。根据氧化前后氧化剂消耗量,计算出有机碳含量,将有机碳含量乘以经验常数 1.724 换算为有机质。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 硫酸。

5.6.2.2 硫酸溶液:1+1。

5.6.2.3 重铬酸钾-硫酸溶液: $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.4\text{ mol/L}$ 。称取重铬酸钾 39.23 g 溶于 600 mL~800 mL 水中,加水稀释至 1 L。将溶液移入 3 L 大烧杯中。另取 1 L 硫酸缓慢加到重铬酸钾溶液内,混匀、冷却后,贮于试剂瓶中备用。

5.6.2.4 硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液: $c(Fe^{2+})=0.25\text{ mol/L}$ 。称取硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 70 g{或硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O]$ 100 g},溶于 900 mL 水中,加入硫酸 20 mL,用水稀释至 1 L(必要时过滤),摇匀后贮于棕色瓶中。此溶液易被空气氧化,故每次使用时必须用重铬酸钾基准溶液标定。在溶液中加入两条洁净的铝片,可保持溶液浓度长期稳定。

硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的标定:准确吸取 25.0 mL 重铬酸钾基准溶液于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL~60 mL 水、10 mL 硫酸溶液和邻菲罗啉指示剂 3~5 滴,用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液滴定,被滴定溶液由橙色转为亮绿色,最后变为砖红色为终点。根据硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的消耗量,计算其准确浓度 c_2 ,按式(1)计算:

$$c_2 = \frac{c_1 V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——重铬酸钾基准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——吸取重铬酸钾基准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定消耗硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.6.2.5 重铬酸钾基准溶液: $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.2500\text{ mol/L}$ 。称取经 120℃干燥 4 h 的基准重铬酸钾 12.257 7 g,先用少量水溶解,然后转移入 1 L 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.6.2.6 邻菲罗啉指示剂。

5.6.2.7 铝片(化学纯)。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 通常实验室用仪器;

5.6.3.2 水浴锅。

5.6.4 分析步骤

称取试样 0.1 g~1.0 g(精确至 0.000 1 g)(含有机碳不大于 20 mg),放入 250 mL 三角瓶中,准确加入 25.0 mL 重铬酸钾-硫酸溶液,并于三角瓶口加一弯颈小漏斗,然后放入已沸腾的 100℃沸水浴中,保温 30 min(保持水沸腾),取下,冷却后,用水冲洗三角瓶,瓶中溶液总体积应控制在 75 mL~100 mL,加 3~5 滴邻菲罗啉指示剂,用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液滴定,被滴定溶液由橙色转为亮绿色,最后变成砖红色为滴定终点。同时做空白试验。

如果滴定试料所用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的用量不到空白试验所用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液用量的 1/3 时,则应减少称样量,重新测定。

关于氯离子干扰,按本标准 5.11 规定的步骤测定氯离子含量 $w_1(\%)$,然后从有机碳测定结果中加以扣除。

5.6.5 分析结果的表述

有机质含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \left[\frac{(V_3 - V_4)c_2 \times 0.003 \times 1.5}{m_0} \times 100 - \frac{w_1}{12} \right] \times 1.724 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_3 ——空白试验时,消耗硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——测定试料时,消耗硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.003——与 1.00 mL 的浓度为 1.000 mol/L 硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液相当的碳质量,单位为克(g);

1.5——氧化校正系数;

w_1 ——试样中氯离子含量,单位为质量分数(%);

1/12——与 1% 氯离子相当的有机碳的质量分数;

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

1.724——有机碳与有机质之间的经验转换系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.6.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 1.5%。

5.7 粒度测定 筛分法

按 GB 15063—2001 中 5.6 规定进行。

5.8 酸碱度的测定 pH 酸度计法

5.8.1 原理

试样经水溶解,用 pH 酸度计测定。

5.8.2 试剂和溶液

5.8.2.1 苯二甲酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K}))=0.05 \text{ mol/L}$;

5.8.2.2 磷酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.025 \text{ mol/L}$, $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.025 \text{ mol/L}$;

5.8.2.3 硼酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)=0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 通常实验室用仪器;

5.8.3.2 pH 酸度计;灵敏度为 0.01 pH 单位。

5.8.4 分析步骤

称取新鲜试样 10.00 g 于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 不含二氧化碳的水,搅动 1 min,静置 30 min,用 pH 酸度计测定。测定前,用标准缓冲溶液对酸度计进行校验。

5.8.5 分析结果的表述

试样的酸碱度以 pH 值表示。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.8.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH。

5.9 蛔虫卵死亡率的测定

按 GB/T 7959—1987 中附录 B 规定进行。

5.10 大肠菌值的测定

按 GB/T 7959—1987 中附录 A 规定进行。

5.11 氯离子含量测定

按 GB 15063—2001 中 5.7 规定进行。若滤液有颜色,应准确吸取一定量的滤液(含氯离子约 25 mg),加 2 g~3 g 活性碳,充分搅拌后过滤,并洗涤 3~5 次,每次用水约 5 mL,收集全部滤液于 250 mL 锥形瓶中,以下按 GB 15063—2001 中 5.7.3“加入 5 mL 硝酸溶液,加入 25.0 mL 硝酸银溶液,……”进行测定。

5.12 测定砷、镉、铅、铬、汞试样溶液的制备

5.12.1 试剂和材料

5.12.1.1 盐酸;

5.12.1.2 硝酸;

5.12.1.3 盐酸溶液:1+5。

5.12.2 装置

通常实验室用仪器和电热板,功率为 1.8 kW~2.4 kW。

5.12.3 试样溶液的制备

称取试样 5 g~8 g(精确至 0.001 g),置于 400 mL 高型烧杯中,加入 30 mL 盐酸和 10 mL 硝酸,盖上表面皿在电热板上徐徐加热(若反应激烈产生泡沫时,自电热板上移开放冷片刻),等激烈反应结束后,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 50 mL 盐酸溶液,加热溶解,冷却至室温后转移到 250 mL 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。

5.12.4 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。

5.13 砷含量测定

5.13.1 砷含量测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(仲裁法)

5.13.1.1 原理

在酸性介质中,五价砷通过碘化钾、氯化亚锡及初生态氢还原为砷化氢(AsH_3),用二乙基二硫代氨基甲酸银的吡啶溶液吸收,生成红色可溶性胶态银,在波长 540 nm 处测定其吸光度,吸光度的大小与砷含量成正比。

5.13.1.2 试剂和材料

5.13.1.2.1 盐酸;

5.13.1.2.2 抗坏血酸;

5.13.1.2.3 无砷金属锌粒;

5.13.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L;

5.13.1.2.5 二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液:5 g/L。溶解 1.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银于吡啶中,并用同样吡啶稀释至 250 mL 棕色量瓶中,避免光线照射,可在两周内保持稳定;

5.13.1.2.6 氯化亚锡-盐酸溶液:溶解 40 g 氯化亚锡 $[\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 在 25 mL 水和 75 mL 盐酸的混合液中;

5.13.1.2.7 乙酸铅棉花:溶解 50 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2) \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于 250 mL 水中,用此溶液将脱脂棉浸透,取出挤干以除去多余溶液,储存在密闭容器中;

5.13.1.2.8 砷标准溶液:0.1 mg/mL;

5.13.1.2.9 砷标准溶液:0.002 5 mg/mL。吸取 2.50 mL 砷标准溶液(5.13.1.2.8)置于 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 2.5 μg ,使用时制备。

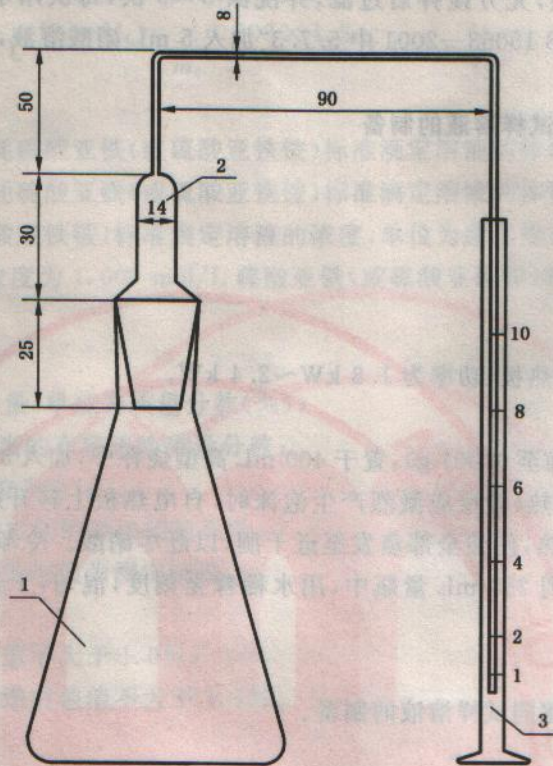
5.13.1.3 装置

5.13.1.3.1 测定砷的所有玻璃容器,必须用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤,再以水清洗干净,干燥备用;

5.13.1.3.2 通常实验室仪器;

5.13.1.3.3 定砷仪:按 GB/T 7686 规定的 15 球定砷仪装置,并将其中的 15 球吸收管改为 10 mL 量

筒,如图 1 所示,或其他经实验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的定砷仪;



- 1——100 mL 锥形瓶,用于发生砷化氢;
- 2——连接管,用于捕集硫化氢;
- 3——10 mL 量筒,吸收砷化氢用。

图 1 定砷仪

- 5.13.1.3.4 分光光度计:带有光程为 1 cm 吸收池。
- 5.13.1.4 分析步骤
- 5.13.1.4.1 由于吡啶有恶臭,操作应在通风橱中进行。
- 5.13.1.4.2 工作曲线的绘制:按表 2 所示,吸取砷标准溶液(5.13.1.2.9)分别置于 7 个锥形瓶(图 1 中 1)中。

表 2

砷标准溶液体积/mL	相应含砷量/ μg	砷标准溶液体积/mL	相应含砷量/ μg
0	0	4.0	10.0
1.0	2.5	6.0	15.0
2.0	5.0	8.0	20.0
3.0	7.5		

于各锥形瓶中加 10 mL 盐酸和一定量水,必须使体积约为 40 mL,此时溶液酸度为 $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 。然后加入 2.0 mL 碘化钾溶液和 2.0 mL 氯化亚锡溶液,混匀,放置 15 min。

置少量乙酸铅棉花于玻璃管(图 1 中 2)内以吸收硫化氢、二氧化硫等。吸取 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液置于 10 mL 量筒内,按图 1 连接仪器,磨口玻璃吻合处在反应过程中应保持密封。

称量 5 g 锌粒加入锥形瓶中,迅速连接好仪器,使反应进行约 45 min。移去量筒,充分摇匀溶液所生成的紫红色胶态银。用 1 cm 吸收池,在波长 540 nm 处,以砷含量为 0 的标准溶液为参比溶液,调节分光光度计吸光度为零后,测定各标准溶液的吸光度。

显色溶液在暗处可稳定 2 h, 测定应在此期间进行。

以标准溶液的砷含量(μg)为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.13.1.4.3 测定: 吸取一定量的试液(使其砷含量小于 20 μg , 体积在 30 mL 以下)于 100 mL 锥形瓶(图 1 中 1)中, 加 10 mL 盐酸; 补充水使其体积约为 40 mL, 加入 1 g 抗坏血酸。以下按 5.13.1.4.2 规定的操作步骤, 从“然后加入 2.0 mL 碘化钾溶液和 2.0 mL 氯化亚锡溶液, 混匀, 放置 15 min。……”开始, 直至“……测定溶液的吸光度”为止完成测定。

5.13.1.4.4 空白试验: 采用空白溶液, 其他步骤同样品测定。

5.13.1.5 分析结果的表述

砷(As)含量 w_3 以质量分数(%)表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(c_3 - c_{03}) \times 250}{m_1 V_5 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_3 ——由工作曲线查出的试样溶液中砷的含量, 单位为微克(μg);

c_{03} ——由工作曲线查出的空白溶液中砷的含量, 单位为微克(μg);

250——试样溶液总体积, 单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量, 单位为克(g);

V_5 ——测定时, 所取试液体积, 单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.13.1.6 允许差

平行测定结果的相对偏差应符合表 3 要求:

表 3

%

砷的质量分数	允许相对偏差
≤ 0.0001	100
$0.0001 \sim 0.0020$	50
≥ 0.0020	25

5.13.2 砷的测定 砷斑法(Gutzeit 法)

5.13.2.1 原理

在酸性介质中, 五价砷通过碘化钾、氯化亚锡及初生态氢还原为砷化氢(AsH_3), 再与溴化汞试纸接触反应, 生成的黄色色斑深浅与砷浓度成正比, 再与同时按同样操作所生成的系列标准色斑比较, 求出试样中砷含量。

5.13.2.2 试剂和材料

5.13.2.2.1 盐酸;

5.13.2.2.2 无砷金属锌粒;

5.13.2.2.3 碘化钾溶液: 150 g/L;

5.13.2.2.4 氯化亚锡-盐酸溶液: 同 5.13.1.2.6;

5.13.2.2.5 乙酸铅棉花: 同 5.13.1.2.7;

5.13.2.2.6 溴化汞试纸: 称取 1.25 g 溴化汞溶于 25 mL 无水乙醇中, 将定量滤纸放在溶液中浸泡 1 h, 取出暗处晾干, 保存于密闭棕色瓶中;

5.13.2.2.7 砷标准溶液: 0.1 mg/mL;

5.13.2.2.8 砷标准溶液: 0.002 5 mg/mL。同 5.13.1.2.9。

5.13.2.3 装置

5.13.2.3.1 测定砷的所有玻璃容器, 必须用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤, 再以水清洗干净, 干燥备用;

5.13.2.3.2 通常实验室仪器;

5.13.2.3.3 定砷器:按 GB/T 610.1 规定的定砷器,如图 2 所示,或其他经实验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的定砷器;

5.13.2.3.4 使用时,将溴化汞试纸夹在玻璃管上端管口(图 2 中 4)与玻璃帽(图 2 中 5)中间,用橡皮圈将其固定。

单位为毫米

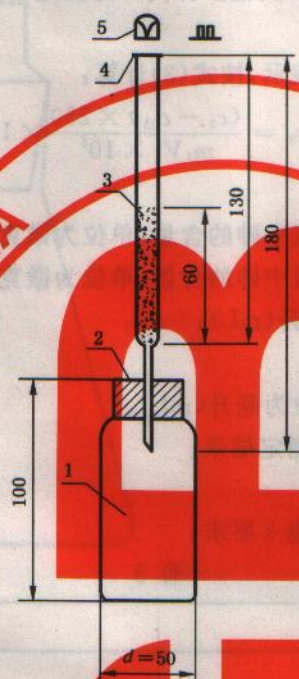


图 2 定砷器

- 1——广口瓶;
- 2——胶塞;
- 3——玻璃管;
- 4——玻璃管上端管口;
- 5——玻璃帽。

5.13.2.4 分析步骤

吸取一定量的试液(使其中砷含量为 $0.5 \mu\text{g} \sim 5 \mu\text{g}$, 体积在 30 mL 以下)和一系列砷标准溶液(5.13.2.2.8)(0 mL , 0.5 mL , 1.0 mL , 1.5 mL , 2.0 mL , 相应砷含量为 $0 \mu\text{g}$, $1.25 \mu\text{g}$, $2.50 \mu\text{g}$, $3.75 \mu\text{g}$, $5.00 \mu\text{g}$)分别置于各广口瓶(图 2 中 1)中,加 10 mL 盐酸和一定量水于各广口瓶中,必须使体积约为 40 mL ,此时溶液酸度为 $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 。然后加入 2.0 mL 碘化钾溶液和 2.0 mL 氯化亚锡溶液,混匀,放置 15 min 。

放少量乙酸铅棉花于玻璃管(图 2 中 3)内以吸收硫化氢、二氧化硫等。按 5.13.2.3 条仪器要求,将溴化汞试纸固定。

称量 5 g 锌粒到广口瓶中,迅速按图 2 所示连接好仪器。

使反应在暗处进行 $1 \text{ h} \sim 1.5 \text{ h}$,取下溴化汞试纸,以试液的溴化汞试纸颜色与砷标准溶液系列色阶比较,求出试液中砷含量。

空白试验:采用空白溶液,其他步骤同样品测定。

5.13.2.5 分析结果的表述

砷(As)含量 w_4 , 以质量分数(%)表示, 按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(c_4 - c_{04}) \times 250}{m_1 V_6 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c_4 ——与标准色阶比较得出试样溶液中砷的含量, 单位为微克(μg);

c_{04} ——与标准色阶比较得出空白溶液中砷的含量, 单位为微克(μg);

250——试样溶液总体积, 单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量, 单位为克(g);

V_6 ——测定时, 所取试液体积, 单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.13.2.6 允许差

平行测定结果的相对偏差应符合表3要求。

5.14 镉含量测定 原子吸收分光光度法

5.14.1 原理

试样溶液中的镉, 经原子化器将其转变成原子蒸气, 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, 吸光度的大小与镉基态原子浓度成正比。

5.14.2 试剂和材料

5.14.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$;

5.14.2.2 镉标准溶液: 1 mg/mL ;

5.14.2.3 镉标准溶液: 0.01 mg/mL 。吸取 10.0 mL 镉标准溶液(5.14.2.2)于 1000 mL 量瓶中, 用盐酸溶液稀释至刻度, 混匀。

5.14.2.4 溶解乙炔或惰性气体(石墨炉法使用)。

5.14.3 装置

5.14.3.1 通常实验室仪器;

5.14.3.2 原子吸收分光光度计[有背景校正装置], 配有镉空心阴极灯和空气-乙炔燃烧器或石墨炉。

5.14.4 分析步骤

5.14.4.1 工作曲线的绘制, 按表4所示, 吸取镉标准溶液(5.14.2.3)置于6个 100 mL 量瓶中, 用盐酸溶液稀释至刻度, 混匀。

表 4

镉标准溶液体积/mL	相应镉的浓度/($\mu\text{g/mL}$)	镉标准溶液体积/mL	相应镉的浓度/($\mu\text{g/mL}$)
0	0	2.0	0.2
0.5	0.05	4.0	0.4
1.0	0.1	8.0	0.8

进行测定前, 根据待测元素性质, 参照仪器使用说明书, 进行最佳工作条件选择。

然后, 于波长 228.8 nm 处, 使用空气-乙炔氧化火焰或石墨炉, 以镉含量为 0 的标准溶液为参比溶液, 调节原子吸收分光光度计的吸光度为零后, 测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的镉的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.14.4.2 测定: 将试样溶液不经稀释或根据镉含量吸取一定量试样溶液置于 100 mL 量瓶中经用盐酸溶液稀释至刻度, 混匀, 作为测定用试液(镉浓度必须小于 $0.8 \mu\text{g/mL}$)。在与测定标准溶液相同的条件下, 测得试样溶液的吸光度, 在工作曲线上查出相应的镉浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.14.4.3 空白试验: 采用空白溶液, 其他步骤同样品测定。

5.14.5 分析结果的表述

5.14.5.1 试样溶液不经稀释直接进行测定时,镉(Cd)含量 w_5 ,以质量分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(c_5 - c_{05}) \times 250}{m_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c_5 ——由工作曲线查出的试样溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_{05} ——由工作曲线查出的空白溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g)。

5.14.5.2 吸取一定量试样溶液稀释至 100 mL 后进行测定时,镉(Cd)含量 w_6 ,以质量分数(%)表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(c_6 - c_{06}) \times 100}{(m_1 \times \frac{V_7}{250}) \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

c_6 ——由工作曲线查出的试样溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_{06} ——由工作曲线查出的空白溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

100——试样溶液稀释后的总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g);

V_7 ——吸取一定量试样溶液体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.14.6 允许差

平行测定结果的相对偏差应符合表 5 要求:

表 5

%

镉的质量分数	允许相对偏差
$\leq 0.000\ 1$	100
$0.000\ 1 \sim 0.002\ 0$	50
$\geq 0.002\ 0$	25

5.15 铅含量测定 原子吸收分光光度法

5.15.1 原理

试样溶液中的铅,经原子化器将其转变成原子蒸气,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,吸光度的大小与铅基态原子浓度成正比。

5.15.2 试剂和材料

5.15.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5\ \text{mol/L}$;

5.15.2.2 铅标准溶液:1 mg/mL;

5.15.2.3 铅标准溶液:0.1 mg/mL。吸取 10.0 mL 铅标准溶液(5.15.2.2)于 100 mL 量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度,混匀;

5.15.2.4 溶解乙炔或惰性气体(石墨炉法使用)。

5.15.3 装置

5.15.3.1 通常实验室仪器;

5.15.3.2 原子吸收分光光度计,配有铅空心阴极灯和空气-乙炔燃烧器或石墨炉。

5.15.4 分析步骤

5.15.4.1 工作曲线的绘制:按表6所示,吸取铅标准溶液(5.15.2.3)分别置于5个100 mL量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度,混匀。

表 6

铅标准溶液体积/mL	相应铅的浓度/($\mu\text{g/mL}$)
0	0
1.0	1.0
2.0	2.0
4.0	4.0
8.0	8.0

进行测定前,根据待测元素性质,参照仪器使用说明书,进行最佳工作条件选择。

然后,于波长 283.3 nm 处,使用空气-乙炔氧化火焰或石墨炉,以铅含量为 0 的标准溶液为参比溶液,调节原子吸收分光光度计的吸光度为零后,测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的铅的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.15.4.2 测定:将试样溶液不经稀释或根据铅含量吸取一定量试样溶液置于 100 mL 量瓶中经用盐酸溶液稀释至刻度,混匀,作为测定用试液(铅浓度必须小于 8.0 $\mu\text{g/mL}$)。在与测定标准溶液相同的条件下,测得试样溶液的吸光度,在工作曲线上查出相应的铅浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.15.4.3 空白试验:采用空白溶液,其他步骤同样品测定。

5.15.5 分析结果的表述

5.15.5.1 试样溶液不经稀释直接测定时,铅(Pb)含量 w_7 ,以质量分数(%)表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(c_7 - c_{07}) \times 250}{m_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

c_7 ——由工作曲线查出的试样溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_{07} ——由工作曲线查出的空白溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g)。

5.15.5.2 吸取一定量试样溶液稀释至 100 mL 后进行测定时,铅(Pb)含量 w_8 ,以质量分数(%)表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(c_8 - c_{08}) \times 100}{(m_1 \times \frac{V_8}{250}) \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

c_8 ——由工作曲线查出的试样溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_{08} ——由工作曲线查出的空白溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

100——试样溶液稀释后的总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g);

V_8 ——吸取一定量试样溶液体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.15.6 允许差

平行测定结果的相对偏差应符合表7要求:

表 7

%

铅的质量分数	允许相对偏差
$\leq 0.000\ 1$	100
$0.000\ 1 \sim 0.002\ 0$	50
$\geq 0.002\ 0$	25

5.16 铬含量测定 原子吸收分光光度法

5.16.1 原理

试样溶液中的铬,经原子化器将其转变成原子蒸气,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,吸光度的大小与铬基态原子浓度成正比。

5.16.2 试剂和材料

5.16.2.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5\ \text{mol/L}$;

5.16.2.2 焦硫酸钾溶液: $100\ \text{g/L}$;

5.16.2.3 铬标准溶液: $1\ \text{mg/mL}$;

5.16.2.4 铬标准溶液: $0.01\ \text{mg/mL}$ 。吸取 $10.0\ \text{mL}$ 铬标准溶液(5.16.2.3)于 $1\ 000\ \text{mL}$ 量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度,混匀;

5.16.2.5 溶解乙炔或惰性气体(石墨炉法使用)。

5.16.3 装置

5.16.3.1 通常实验室仪器;

5.16.3.2 原子吸收分光光度计,配有铬空心阴极灯和空气-乙炔燃烧器或石墨炉。

5.16.4 分析步骤

5.16.4.1 工作曲线的绘制:按表 8 所示,吸取铬标准溶液(5.16.2.4)置于 5 个 $100\ \text{mL}$ 量瓶中,加入焦硫酸钾溶液 $10\ \text{mL}$,用盐酸溶液稀释至刻度,混匀。

表 8

铬标准溶液体积/mL	相应铬的浓度/ $(\mu\text{g/mL})$	铬标准溶液体积/mL	相应铬的浓度/ $(\mu\text{g/mL})$
0	0	20.0	2.0
5.0	0.5	40.0	4.0
10.0	1.0		

进行测定前,根据待测元素性质,参照仪器使用说明书,进行最佳工作条件选择。

然后,于波长 357.9 nm 处,使用空气-乙炔还原火焰或石墨炉,以铬含量为 0 的标准溶液为参比溶液,调节原子吸收分光光度计的吸光度为零后,测定各标准溶液的吸光度,以各标准溶液的铬的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.16.4.2 测定:吸取一定量的试样溶液于 $100\ \text{mL}$ 量瓶中,加入焦硫酸钾溶液 $10\ \text{mL}$,用盐酸溶液稀释至刻度,混匀,作为测定用试液(铬浓度必须小于 $4.0\ \mu\text{g/mL}$)。在与测定标准溶液相同的条件下,测得试液的吸光度,在工作曲线上查出相应的铬浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.16.4.3 空白试验:采用空白溶液,其他步骤同样品测定。

5.16.5 分析结果的表述

铬(Cr)含量 w_9 ,以质量分数(%)表示,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{(c_9 - c_{09}) \times 100}{(m_1 \times \frac{V_9}{250}) \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

c_9 ——由工作曲线查出的试样溶液中铬的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_{09} ——由工作曲线查出的空白溶液中铬的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

100——试样溶液稀释后的总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g);

V_9 ——吸取一定量试样溶液体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.16.5.1 允许差:平行测定结果的相对偏差应符合表9要求:

表 9

%

铬的质量分数	允许相对偏差
≤ 0.0001	100
$0.0001 \sim 0.0020$	50
≥ 0.0020	25

5.17 汞含量测定 氢化物发生-原子吸收分光光度法

5.17.1 原理

试样溶液中的汞,用硼氢化钾将其还原成金属汞,用氮气流将汞蒸气载入冷原子吸收仪,汞原子蒸气对波长 253.7 nm 的紫外光具有强烈的吸收作用,吸光度的大小与汞蒸气浓度成正比。

5.17.2 试剂和材料

5.17.2.1 硝酸:

5.17.2.2 硝酸溶液:1+1;

5.17.2.3 硫酸溶液:4%;

5.17.2.4 重铬酸钾溶液:5 g/L;

5.17.2.5 硼氢化钾碱性溶液:1.25 g/L。称取 0.50 g 硼氢化钾和 0.50 g 氢氧化钾于 500 mL 烧杯中,用水溶解并配制成 400 mL 溶液;

5.17.2.6 汞标固定液:将 0.5 g 重铬酸钾溶于 950 mL 水中,再加 50 mL 硝酸;

5.17.2.7 汞标准溶液:0.1 mg/mL。称取 0.135 4 g 氯化汞(HgCl_2)于 250 mL 烧杯中,用汞标固定液溶解后移入 1 000 mL 棕色量瓶中,再用汞标固定液稀释至刻度,混匀;

5.17.2.8 汞标准溶液:5 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取 25.0 mL 汞标准溶液(5.17.2.7)于 500 mL 棕色量瓶中,用汞标固定液稀释至刻度,混匀;

5.17.2.9 汞标准溶液:0.5 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取 10.0 mL 汞标准溶液(5.17.2.8)于 100 mL 棕色量瓶中,用汞标固定液稀释至刻度,混匀。

5.17.3 装置

5.17.3.1 通常实验室仪器;

5.17.3.2 原子吸收分光光度计,配有氢化物发生器和汞空心阴极灯。

5.17.4 分析步骤

5.17.4.1 工作曲线的绘制:按表 10 所示,吸取汞标准溶液(5.17.2.9)置于 5 个 100 mL 量瓶中,分别加入 10 mL 重铬酸钾溶液和 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,混匀。

表 10

汞标准溶液体积/mL	相应汞的浓度/(ng/mL)	汞标准溶液体积/mL	相应汞的浓度/(ng/mL)
0	0	2.0	10
0.5	2.5	4.0	20
1.0	5		

进行测定前,根据待测元素性质,参照仪器使用说明书,选择最佳工作条件,以硼氢化钾碱性溶液作为还原剂,硫酸溶液作为载流,于波长 253.7 nm 处,以汞含量为 0 的标准溶液为参比溶液,测定各标准溶液的吸光度。

以各标准溶液的汞的浓度(ng/mL)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.17.4.2 测定:吸取一定量的试样溶液于 100 mL 量瓶中,加入 10 mL 重铬酸钾溶液和 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,混匀,作为测定用试液(汞浓度必须小于 20 ng/mL)。在与测定标准溶液相同的条件下,测得试液的吸光度,在工作曲线上查出相应的汞浓度(ng/mL)。

5.17.4.3 空白试验:采用空白溶液,其他步骤同样品测定。

5.17.5 分析结果的表述

汞(Hg)含量 w_{10} ,以质量分数(%)表示,按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{(c_{10} - c_{010}) \times 100}{(m_1 \times \frac{V_{10}}{250}) \times 10^9} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

c_{10} ——由工作曲线查出的试样溶液中汞的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c_{010} ——由工作曲线查出的空白溶液中汞的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

100——试样溶液稀释后的总体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g);

V_{10} ——吸取一定量试样溶液体积,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.17.5.1 允许差

平行测定结果的相对偏差应符合表 11 要求:

表 11

%

汞的质量分数	允许相对偏差
≤ 0.0001	100
$0.0001 \sim 0.0020$	50
≥ 0.0020	25

6 检验规则

6.1 本标准中产品质量指标合格判断,采用 GB/T 1250 中“修约值比较法”。

6.2 产品应由生产企业质量监督部门进行检验,生产企业应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、总养分含量以及分别标明氮、磷、钾、有机质含量及本标准号。

6.3 用户有权按本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的产品进行检验,核验其质量指标是否符合本标准要求。

6.4 蛔虫卵死亡率、大肠菌值、氯离子含量、砷及其化合物、镉及其化合物、铅及其化合物、铬及其化合物、汞及其化合物为型式检验项目,下列情况时,应检测这些项目:

- 正式生产时,原料、工艺及设备发生变化;
- 正式生产时,定期或积累到一定量后,应周期性进行一次检验;
- 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

6.5 如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自二倍量的包装袋中采取样品进行检

验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品不能验收。

6.6 产品按批检验,以一天或两天的产量为一批,最大批量为 500 t。

6.7 袋装产品按表 12 取样,超过 512 袋时,按式(11)计算结果采样,计算结果如遇小数时,则进为整数。

表 12 采样袋数

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

n ——采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

按表 12 或式(11)计算结果,随机抽取一定袋数,用采样器从每袋最长对角线插入至袋的四分之三处,取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

6.8 散装产品,按 GB/T 6679 规定进行采样。

6.9 样品缩分:将采取样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至约 1 kg。分装于两个洁净、干燥的 500 mL 具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号、取样日期、取样人姓名。一瓶作产品质量分析,另一瓶保存二个月,以备查用。

6.10 试样制备:由 6.9 中所取一瓶 500 g 缩分样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 2 mm 筛,混匀,收集到干燥瓶中,作成分分析用。余下样品供粒度测定。

6.11 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》有关规定执行。

7 标识

在包装容器上标明有机质含量,其余执行 GB 18382—2001。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装应按 GB 8569 规定进行。每袋净含量(50±0.5) kg、(40±0.4) kg、(25±0.25) kg、(10±0.1) kg,平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。

8.2 在包装袋中的物料,必须混合均匀,不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破裂。

