

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0736.14—2011

---

### 进出口化肥检验方法 第14部分：离子 色谱法测定微量无机阴离子

Test method of import and export fertilizers—Part 14: Determination of trace  
inorganic anions by ion chromatography method

2011-05-31 发布

2011-12-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

## 前 言

SN/T 0736《进出口化肥检验方法》系列标准共分为 14 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 8 部分：缩二脲含量的测定；
- 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。

本部分为 SN/T 0736《进出口化肥检验方法》系列标准的第 14 部分。

本标准按照 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：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局、中华人民共和国侯马出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：王昌钊、张遯、乐爱山、张新智、蔡砚、赵临强。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## 进出口化肥检验方法 第14部分:离子 色谱法测定微量无机阴离子

### 1 范围

本部分规定了进出口化肥中氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子的离子色谱测定方法。

本部分适用于进出口无机肥、有机无机复混肥料中微量氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子的测定。

### 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试验方法

SN/T 0736.1 进出口化肥检验方法 取样和制样

### 3 原理

无机肥采用超声提取,有机无机复混肥料采用超声提取、离心、固相萃取柱分离等方法提取和净化。以氢氧化钾溶液为淋洗液,阴离子交换柱分离,电导检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

### 4 试剂

除另有规定外,分析用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氯离子( $\text{Cl}^-$ )标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

4.2 亚硝酸根离子( $\text{NO}_2^-$ )标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

4.3 硝酸根离子( $\text{NO}_3^-$ )标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

4.4 硫酸根离子( $\text{SO}_4^{2-}$ )标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

4.5 磷酸根离子( $\text{PO}_4^{3-}$ )标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

4.6 氯化物(以  $\text{Cl}^-$  计,下同)和亚硝酸盐(以  $\text{NO}_2^-$  计,下同)混合标准使用液:准确移取氯离子( $\text{Cl}^-$ )和亚硝酸根离子( $\text{NO}_2^-$ )的标准溶液各 5 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1 mL 含氯离子、亚硝酸根离子各 50.0  $\mu\text{g}$ 。

4.7 硝酸盐(以  $\text{NO}_3^-$  计,下同)、硫酸盐(以  $\text{SO}_4^{2-}$  计,下同)和磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计,下同)混合标准使用液:准确移取硝酸根离子( $\text{NO}_3^-$ )、硫酸根离子( $\text{SO}_4^{2-}$ )和磷酸根离子( $\text{PO}_4^{3-}$ )的标准溶液各 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1 mL 含硝酸根离子、硫酸根离子、磷酸根离子各 100.0  $\mu\text{g}$ 。

### 5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:包括电导检测器,配有抑制器,大容量阴离子交换柱,25  $\mu\text{L}$  定量环。

5.2 超声波清洗器。

- 5.3 离心机:4 000 r/min。
- 5.4 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.5 水性滤膜针头滤器:0.22  $\mu\text{m}$ 。
- 5.6 固相萃取小柱:OnGuard RP 柱[0.1 mL(1 cc)],使用前依次用 5 mL 甲醇、10 mL 水通过,静置活化 30 min。或等效  $\text{C}_{18}$  柱(3 mL)。
- 5.7 OnGuard II Ag 柱<sup>1)</sup>[0.1 mL(2.5 cc)],使用前用 10 mL 水通过,静置活化 30 min。
- 5.8 OnGuard II Na 柱<sup>1)</sup>[0.1 mL(1 cc)],使用前用 10 mL 水通过,静置活化 30 min。
- 所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L NaOH 溶液和水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3~5 次,晾干备用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样的制备

按 SN/T 0736.1 规定制备实验室样品。

### 6.2 提取

#### 6.2.1 无机肥

称取试样约 0.25 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,超声提取 30 min,通过 0.22  $\mu\text{m}$  水性滤膜针头滤器,溶液待测。

#### 6.2.2 有机无机复混肥料

称取试样约 0.25 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,超声提取 30 min。取部分溶液于 4 000 r/min 离心 15 min,离心后取上清液约 15 mL 通过 0.22  $\mu\text{m}$  水性滤膜针头滤器、RP 柱,弃去前面 3 mL(如果测定亚硝酸根时,氯离子大于 100 mg/L,则需要依次通过水性滤膜针头滤器、RP 柱、Ag 柱和 Na 柱,弃去前面 7 mL),收集后面洗脱液待测。溶液流速不大于 3 mL/min。

### 6.3 参考色谱条件

6.3.1 色谱柱:氢氧化物选择性,可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱,如 Dionex IonPac® AS19 保护柱 4 mm×250 mm(带 IonPac® AG19 保护柱 4 mm×50 mm),或性能相当的离子色谱柱。

6.3.2 淋洗液:氢氧化钾溶液,梯度淋洗,淋洗液  $\text{OH}^-$  浓度见表 1:

表 1 淋洗液  $\text{OH}^-$  浓度表

时间/min	$\text{OH}^-$ 浓度/(mmol/L)	梯度曲线(curve)
0.00	10	5
18.00	10	5
18.10	35	5
35.00	35	5
35.10	10	5
45.00	10	5

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可,如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

- 6.3.3 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器,或等效抑制装置。  
 6.3.4 检测器:电导检测器,检测池温度 35 ℃。  
 6.3.5 淋洗液流速:1.0 mL/min。  
 6.3.6 进样体积:25 μL(可根据样品中被测离子含量进行调整)。

## 6.4 测定

### 6.4.1 标准曲线

分别移取氯化物、亚硝酸盐混合标准使用液和硝酸盐、硫酸盐、磷酸盐混合标准使用液,加水稀释,制成系列标准溶液,含氯离子和亚硝酸根离子浓度分别为 0.0 mg/L、0.25 mg/L、0.5 mg/L、2.50 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L,硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子浓度分别为 0.0 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、20.00 mg/L,从低到高浓度依次进样,得到上述各浓度标准溶液的色谱图。以氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子的浓度(mg/L)为横坐标,以峰高(μS)或峰面积为纵坐标,绘制标准曲线或计算线性回归方程。

### 6.4.2 样品测定

用 1.0 mL 注射器分别吸取空白和试样溶液,在相同工作条件下,依次注入离子色谱仪中,记录色谱图。根据保留时间定性,分别测定空白和样品的峰高(μS)或峰面积。混合标准溶液色谱图参见附录 A。

空白溶液除不加样品外按样品处理步骤进行处理。

样品待测液中待测物的响应值应在标准线性范围之内。

## 7 结果计算

试样中氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子含量,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w$  —— 试样中氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子或磷酸根离子的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$\rho$  —— 测定用试样溶液中的氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子或磷酸根离子质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$  —— 空白溶液中氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子或磷酸根离子的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  —— 试样溶液体积,单位为毫升(mL);

$f$  —— 试样溶液稀释倍数;

$m$  —— 试样取样量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 8 方法的测定低限、回收率

### 8.1 测定低限

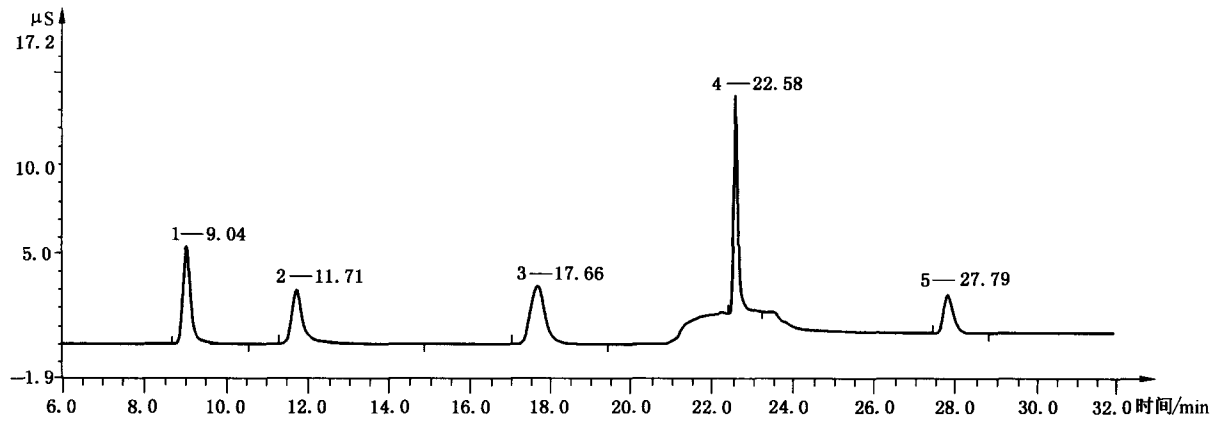
本方法的测定低限分别为氯离子 8 mg/kg、亚硝酸根离子 8 mg/kg、硝酸根离子 20 mg/kg、硫酸根离子 20 mg/kg、磷酸根离子 40 mg/kg。

## 8.2 回收率

化肥中氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子回收率实验数据：  
氯离子回收率为 84.0%~106.7%；亚硝酸根离子回收率为 89.1%~107.1%；  
硝酸根离子回收率为 81.7%~106.5%；硫酸根离子回收率为 83.5%~104.0%；  
磷酸根离子回收率为 82.0%~105.7%。

附 录 A  
(资料性附录)  
混合标准溶液色谱图

A.1 混合标准溶液色谱图见图 A.1。



- 1—氯离子( $\text{Cl}^-$ );  
 2—亚硝酸根离子( $\text{NO}_2^-$ );  
 3—硝酸根离子( $\text{NO}_3^-$ );  
 4—硫酸根离子( $\text{SO}_4^{2-}$ );  
 5—磷酸根离子( $\text{PO}_4^{3-}$ ).

图 A.1 氯离子、亚硝酸根离子、硝酸根离子、硫酸根离子和磷酸根离子混合标准溶液色谱图