



中华人民共和国国家标准

GB/T 39229—2020/ISO 17318:2015

肥料和土壤调理剂 砷、镉、铬、铅、汞含量的测定

Fertilizers and soil conditioners—Determination of arsenic, cadmium,
chromium, lead and mercury contents

(ISO 17318:2015, IDT)

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0100201228073974 防伪编号: 2020-1228-0811-1715-3792 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准采用翻译法等同采用国际标准 ISO 17318:2015《肥料和土壤调理剂 砷、镉、铬、铅、汞含量的测定》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准负责起草单位：上海化工研究院有限公司、湖南省产商品质量监督检验研究院、安徽省司尔特肥业股份有限公司、上海化工院检测有限公司、天脊煤化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人：章明洪、陈红军、李霞、卫丽华、王文洁、蒋伟、孙怀波、刘惠言、付伯育、董慧。

北京中培质联 专用

订单号: 0100201228073974 防伪编号: 2020-1228-0811-1715-3792 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

肥料和土壤调理剂

砷、镉、铬、铅、汞含量的测定

1 范围

本标准规定了肥料和土壤调理剂中可溶于硝酸的砷、镉、铬、铅、汞含量测定的试验方法。

本标准适用于肥料和土壤调理剂中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定；分析某些微量营养肥料时应特别注意本标准的适用性。

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。

ISO 3696 实验室分析用水 规格和试验方法(Water for analytical laboratory use—Specification and test methods)

3 原理

试样中的砷、镉、铬、铅、汞采用加硝酸微波消化提取；消化后的溶液，用电感耦合等离子发射光谱法(ICP-OES)进行测定。测定铅、铬含量时，采用铟作内标物。

注：推荐采用内标物，以纠正标准溶液与肥料消化液之间的溶液基质差异；任何其他有同等效果的、肥料样品中不含的物质均可作为内标物。

4 试剂

警告：硝酸具有腐蚀性和氧化性。相关操作应在通风橱中完成。本标准未指出所有可能的安全风险。实验人员有责任采取合适的安全和健康防护措施，并确保有关操作符合相关地区的法律法规。

试验过程中全部使用分析纯的化学试剂，以及符合 ISO 3696 要求的三级水。

- 4.1 硝酸： $d = 1.40 \text{ g/mL}$ ，宜使用痕量元素级硝酸。
- 4.2 硝酸溶液：将 1 体积的硝酸加入到 9 体积的水中。
- 4.3 砷、镉、铬、铅、汞元素标准储备液：1 000 mg/L，有证标准物质。
- 4.4 铟标准储备溶液：1 000 mg/L。称取相当于 0.262 0 g 硝酸铟 $[\text{In}(\text{NO}_3)_3]$ 的硝酸铟水合物 $[\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 烧杯中，用硝酸溶液(4.2)溶解后定量转移至 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.2)稀释至刻度，混匀。
- 4.5 铟标准溶液：5 mg/L。取 1 000 mg/L 铟标准储备溶液，用硝酸溶液(4.2)稀释至 5 mg/L。
- 4.6 高纯氩气：含量 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和材料

5.1 通常实验室用仪器。

- 5.2 微波消解仪。
- 5.3 电感耦合等离子发射光谱仪(ICP-OES),带内标混合器。
- 5.4 试验筛,孔径为 0.50 mm。

6 试验方法

6.1 试样制备

取实验室样品 100 g,研磨样品,直至样品颗粒均小于 0.50 mm,混匀,置于洁净、干燥的带盖瓶中。

6.2 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

准确称取 1 g 试样(精确至 0.1 mg,含石灰质或有机质较多的肥料应适当减少称样量),将试样转移至消化容器内,防止试样粘在容器壁上。将容器置于通风橱中,加 10 mL 硝酸(4.1),在室温下预消化直到剧烈气泡消退;密封容器,然后放入微波消解仪中。

参照仪器使用说明书,设置升温程序,在 10 min 内调节温度缓慢地从室温上升到 160 °C,在第二个 10 min 内保持温度在 160 °C。完成消化后冷却至室温,将消化液转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液,待用。

6.3 空白溶液的制备

除不加试样外,其他步骤同 6.2。

6.4 工作标准溶液的配制

取适量各元素的标准储备液(4.3),经稀释并用硝酸溶液(4.2)定容,按表 1 配制混合离子标准溶液系列。

表 1 混合多元素标准溶液的典型浓度

单位为毫克每升

标液	元素				
	As	Cd	Cr	Pb	Hg
No.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
No.1	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
No.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
No.3	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
No.4	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
No.5	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0

注:对于不同类型的仪器,标准溶液的浓度可能会有所不同。

6.5 砷、镉、铬、铅、汞的测定 电感耦合等离子发射光谱法

进行测定前,根据待测元素性质,参照仪器操作说明书,进行最佳工作条件选择。推荐的 ICP 操作条件列在表 2 中。其他可以达到相同测试结果的条件也可以使用。

表 2 推荐的 ICP 操作条件

波长	As 189.042 nm, Cd 228.802 nm, Cr 283.563 nm, Pb 220.353 nm, Hg 184.950 nm, In 230.606 nm
最长积分时间	低波长范围:10 s;高波长范围:10 s
样品泵的冲刷速度	50 r/min
样品泵的分析速度	50 r/min
样品泵稳定时间	5 s
光源	射频,功率为 1 150 W
辅助气流速	0.5 L/min
雾化室内气体流速	0.5 L/min
注:应特别注意 ICP 仪器的波长分辨率,如适用,宜使用第二或第三波长进行确认。	

将上述工作标准溶液系列(6.4)、空白溶液(6.3)和试样溶液(6.2)依次进行测定;当测定铅、铬含量时,以 5 mg/L 的钢内标溶液(4.5)作为内标物,由内标混合器控制内标液和试样溶液以体积比 1 : 5 的比例混合后再测定。如试样溶液中被测元素浓度超出标准曲线浓度范围,应将试样溶液用硝酸溶液(4.2)稀释一定倍数后再进行测定。

6.6 分析结果的表示

各元素测定结果按式(1)计算,单位为毫克每千克(mg/kg)。

$$X = \frac{(c - c_0) \times 100 \times D}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c —— 试样溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c₀ —— 空白溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- 100 —— 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;
- m —— 试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

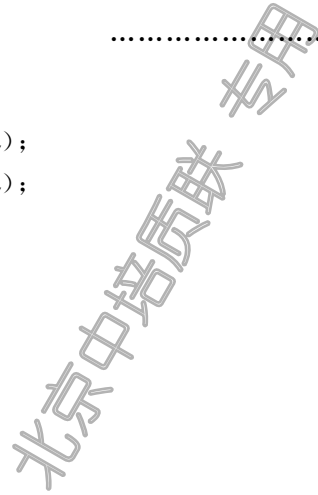
7 精密度

7.1 实验室间比对试验

方法精密度的实验室间比对试验详情参见附录 A。

7.2 重复性

元素	As	Cd	Cr	Pb	Hg
重复性限 r/(mg/kg)	0.227x ^{0.621}	0.173x ^{0.586 2}	0.145x ^{0.755 2}	0.100x ^{0.849 9}	0.252x ^{0.582 4}



订购号: 0100201228073974 防伪编号: 2020-1228-0811-1715-3792 购买单位: 北京中培质联

7.3 再现性

元素	As	Cd	Cr	Pb	Hg
再现性限 $R/(mg/kg)$	$0.316x^{0.809}$	$0.048x^{1.1167}$	$1.017x^{0.5219}$	$0.499x^{0.6432}$	$0.374x^{0.7715}$

8 检测报告

检测报告应至少包括下列信息：

- a) 识别样品的完整信息；
- b) 使用的检测方法,提及本标准(如 GB/T 39229—2020)；
- c) 检测结果；
- d) 采样日期和采样程序(如果已知)；
- e) 检测结束的日期；
- f) 重复性限是否满足要求；
- g) 本标准中未规定或视为可选的所有操作细节,以及测试时发生的可能影响测试结果的任何事件。

北京中培质联 专用

附 录 A
(资料性附录)
实验室间比对试验

A.1 概述

本标准的国际间实验室比对试验于 2012 年 9 月至 12 月完成,共有 14 个实验室参与了对 4 个样品的各 2 次平行测定。国际间实验室比对试验以及试验结果的统计分析、试验报告由中华人民共和国上海化工研究院组织完成。

以下 14 个实验室参与了对 4 个样品的各 2 次平行测定:

上海化工研究院检测中心,中国

CF 工业实验室,美国

江苏省产品质量监督检验研究院,中国

湖南省产商品质量监督检验研究院,中国

山东省产品质量监督检验研究院,中国

贵州省产品质量监督检验院,中国

贵州开磷质量检测中心,中国

广西壮族自治区产品质量监督检验研究院,中国

黑龙江省质量监督检测研究院,中国

新疆维吾尔自治区产品质量监督检验研究院,中国

云南省化工产品质量监督检验站,中国

上海出入境检验检疫局,中国

云南省产品质量监督检验研究院,中国

农业部肥料质量监督检验测试中心(沈阳),中国

注:以上排序与实验室测试的顺序无关。

肥料样品中砷、镉、铅、铬、汞含量测定采用本标准中描述的方法进行。

4 个肥料样品由不同的肥料品种组成并代表不同的含量水平,分别为 A—NPK 复混肥料、B—NPK 复合肥料、C—磷酸二铵、D—有机肥料,肥料样品中砷、镉、铅、铬、汞含量范围在 8 mg/kg~120 mg/kg。

对试验结果的精密度评估按 ISO 5725-2:1994 进行。

A.2 砷测定结果统计

A.2.1 原始数据

共有 11 个实验室参加了对砷的测定,测定结果列于表 A.1,单位为 mg/kg。

表 A.1 砷测定的原始数据

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>							
	A		B		C		D	
1	75.03	75.91	94.39	96.57	12.61	16.14	60.11	59.50
2	74.56	71.86	94.85	94.27	14.37	13.61	55.27	54.27
3	76.13	79.51	103.05	101.87	15.45	15.21	60.00	60.24
4	80.10	76.92	99.79	99.49	14.50	14.62	57.20	57.48
5	76.56	76.68	100.03	99.31	16.82	16.11	62.91	61.86
6	76.37	74.85	99.41	97.61	13.97	14.39	56.91	57.35
7	69.87	71.89	89.27	93.08	14.57	14.98	53.63	50.82
8	66.87	69.84	94.61	92.47	13.43	14.34	51.94	51.88
9	76.14	76.28	100.90	100.02	14.98	15.82	57.26	58.08
10	74.99	74.94	99.03	98.03	14.01	14.65	57.85	56.51
11	80.37	80.14	105.22	107.16	16.04	16.59	59.42	61.85

A.2.2 单元平均值

对砷测定的单元平均值列于表 A.2,单位为 mg/kg。

表 A.2 砷测定的单元平均值

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	75.470	95.480	14.375	59.805
2	73.210	94.560	13.990	54.770
3	77.820	102.460	15.330	60.120
4	78.510	99.640	14.560	57.340
5	76.620	99.670	16.465	62.385
6	75.610	98.510	14.180	57.130
7	70.880	91.175	14.775	52.225
8	68.355	93.540	13.885	51.910
9	76.210	100.460	15.400	57.670
10	74.965	98.530	14.330	57.180
11	80.255	106.190	16.315	60.635

A.2.3 单元内绝对差

对砷测定的单元内绝对差列于表 A.3,单位为 mg/kg。

表 A.3 砷测定的单元内绝对差

单位为毫克每千克

实验室 i	水平 j			
	A	B	C	D
1	0.88	2.18	3.53	0.61
2	2.70	0.58	0.76	1.00
3	3.38	1.18	0.24	0.24
4	3.18	0.30	0.12	0.28
5	0.12	0.72	0.71	1.05
6	1.52	1.80	0.42	0.44
7	2.02	3.81	0.41	2.81
8	2.97	2.14	0.91	0.06
9	0.14	0.88	0.84	0.82
10	0.05	1.00	0.64	1.34
11	0.23	1.94	0.55	2.43

A.2.4 一致性和离群值的检查

用 Mandel 的统计量 h 和统计量 k 检验一致性的图方法：

对每个实验室的每个水平，计算实验室间的一致性统计量 h 和每个实验室内的一致性统计量 k ，以每个实验室的不同水平为一组进行描点作图，得到 Mandel h 图和 k 图。

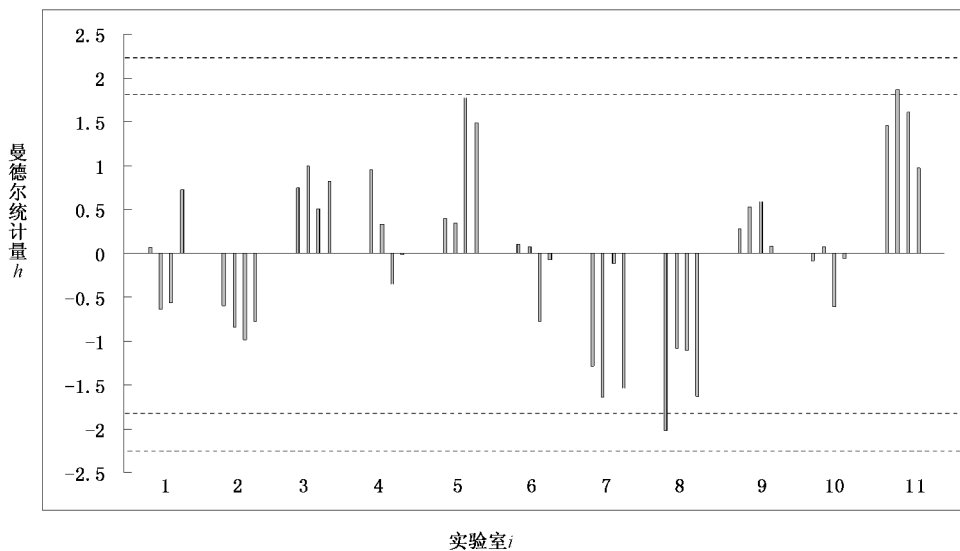


图 A.1 按实验室进行分组的实验室间一致性 Mandel 统计量 h

购买单位：北京中培质联
防伪编号：2020-1228-0811-1715-3792
订单号：0100201228073974

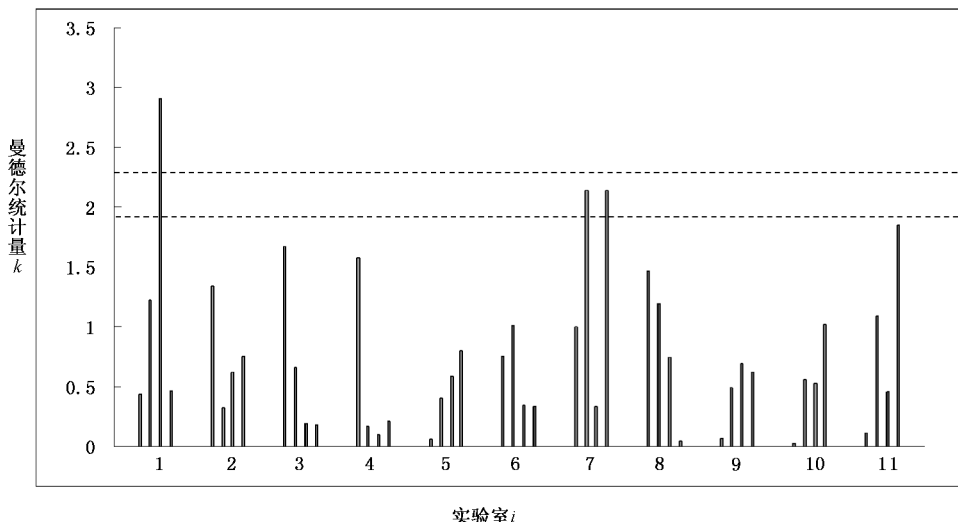


图 A.2 按实验室进行分组的实验室内一致性 Mandel 统计量 k

图中的水平虚线表示显著性水平分别为 1% 及 5% 时 Mandel 统计量 h 和统计量 k 的临界值。

h 图显示实验室 8 在水平 A、实验室 11 在水平 B 出现了歧离值,但没有出现离群值。

k 图显示实验室 7 在水平 B 和 D 上的重复性测试结果有较大的变异;实验室 1 在水平 C 出现了重复性测试结果有很大的变异。

Cochran 检验法:

应用 Cochran 检验,计算得到的检验统计量 C 的值列于表 A.4。

表 A.4 Cochran 检验统计量 C 的值

水平 j	A	B	C	D	检验类型
C	0.254	0.415	0.769	0.414	检验统计量
歧离值($p=11$)	0.570	0.570	0.570	0.570	检验临界值
离群值($p=11$)	0.684	0.684	0.684	0.684	

如果检验统计量大于 5% 临界值但小于或等于 1% 临界值,则被检验的项目为歧离值;

如果检验统计量大于 1% 临界值,则被检验的项目为离群值。

Cochran 检验表明在水平 C,根据实验室 1 的绝对差(3.53)计算的检验统计量为 0.769。

对于 $p=11$,Cochran 检验临界值在显著水平为 1% 时是 0.684,所以实验室 1 在水平 C 的测定结果为离群值,应当拒绝该结果。

对其余 10 家实验室在水平 C 的测试值再次进行 Cochran 检验,计算得到的检验统计量为 0.221,小于显著水平为 5% 时临界值 0.602($p=10$),故不再存在歧离值(当然也不再存在离群值)。

Grubbs 检验法

应用 Grubbs 检验,对单元平均值进行检验,得到的检验统计量 G 的值列于表 A.5。

表 A.5 对单元平均值的 Grubbs 检验

水平 $j; p$	单个低值	单个高值	两个低值	两个高值	检验类型
A; 11	2.027	1.465	0.301 5	0.629 9	Grubbs 检验统计量
B; 11	1.641	1.866	0.529 2	0.461 8	
C; 10	1.121	1.666	1.966 5	0.301 1	
D; 11	1.630	1.492	0.386 7	0.615 7	
岐离值					Grubbs 检验 临界值
$p=10$	2.290	2.290	0.186 4	0.186 4	
$p=11$	2.355	2.355	0.221 3	0.221 3	
离群值					
$p=10$	2.482	2.482	0.115 0	0.115 0	
$p=11$	2.564	2.564	0.144 8	0.144 8	

对一个离群观察值的 Grubbs 检验,大于 1%临界值的为离群值;大于 5%临界值的为岐离值。
对两个离群观察值的 Grubbs 检验,小于 1%临界值的为离群值;小于 5%临界值的为岐离值。
针对该组数据进行 Grubbs 检验表明没有岐离值(当然也没有离群值)。

A.2.5 总平均值与标准差的计算

对每个样品中砷含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算结果列于表 A.6,单位为 mg/kg。

表 A.6 砷含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算值

单位为毫克每千克

样品/水平	C	D	A	B
实验室数	11	11	11	11
离群值	1	0	0	0
平均值, x	14.92	57.38	75.26	98.20
重复性标准差, s_r	0.433	0.931	1.429	1.261
再现性标准差, s_R	0.975	3.419	3.554	4.373

A.2.6 精密度与平均水平 x 的关系

从表 A.6 中发现随着 x 值的增加标准差也在增加,它们之间可能存在一定的函数关系。

经拟合发现 $\log s_r$ 、 $\log s_R$ 与 $\log x$ 存在较好的线性相关性,关系式如下:

$$\log s_r = 0.621 \log x - 1.090 7 \quad R^2 = 0.941$$

$$\log s_R = 0.809 \log x - 0.947 \quad R^2 = 0.982 8$$

A.2.7 精密度结果

As 测量方法的精密度表述如下:

$$\text{重复性标准差: } s_r = 0.081 2x^{0.621}$$

$$\text{再现性标准差: } s_R = 0.113x^{0.809}$$

上述结论是通过 11 个实验室参与的一致水平试验获得的,其中有一个实验室在水平 C 的实验数据为离群值而被排除。

(按上式计算,对 As 含量为 20 mg/kg 的肥料样品,重复性标准差为 0.522 mg/kg,再现性标准差为 1.275 mg/kg;重复性限为 1.46 mg/kg,再现性限为 3.57 mg/kg)

A.3 镉测定结果统计

A.3.1 原始数据

共有 14 个实验室参加了对镉的测定,测定结果列于表 A.7,单位为 mg/kg。

表 A.7 镉测定的原始数据

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>							
	A		B		C		D	
1	49.83	50.77	86.36	88.12	19.70	19.87	69.09	67.71
2	48.48	50.78	92.47	94.71	18.86	20.02	69.55	72.06
3	47.41	47.36	90.51	91.04	19.15	19.05	71.28	71.45
4	47.53	49.40	92.78	92.53	19.69	19.77	72.44	72.77
5	46.35	46.22	88.70	88.99	18.63	18.94	70.30	70.51
6	49.78	49.38	94.13	94.08	19.11	19.05	71.36	70.73
7	48.91	47.83	90.83	91.49	19.14	18.40	69.69	70.01
8	51.13	50.95	97.52	97.85	19.33	19.23	74.61	72.21
9	47.42	47.19	90.84	92.05	18.88	18.97	68.34	67.80
10	49.16	49.24	95.02	95.12	19.98	19.16	72.11	72.10
11	48.68	48.83	93.56	93.51	18.93	18.95	71.94	71.77
12	48.43	48.22	91.44	90.79	18.87	19.16	70.93	69.54
13	49.16	48.90	94.69	95.76	20.14	20.26	70.61	73.44
14	48.97	48.30	96.06	97.31	19.07	18.66	68.82	68.89

A.3.2 单元平均值

对镉测定的单元平均值列于表 A.8,单位为 mg/kg。

表 A.8 镉测定的单元平均值

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	50.300	87.240	19.785	68.400
2	49.630	93.590	19.440	70.805
3	47.385	90.775	19.100	71.365
4	48.465	92.655	19.730	72.605
5	46.285	88.845	18.785	70.405

表 A.8 (续)

单位为毫克每千克

实验室 i	水平 j			
	A	B	C	D
6	49.580	94.105	19.080	71.045
7	48.370	91.160	18.770	69.850
8	51.040	97.685	19.280	73.410
9	47.305	91.445	18.925	68.070
10	49.200	95.070	19.570	72.105
11	48.755	93.535	18.940	71.855
12	48.325	91.115	19.015	70.235
13	49.030	95.225	20.200	72.025
14	48.635	96.685	18.865	68.855

A.3.3 单元内绝对差

对镉测定的单元内绝对差列于表 A.9,单位为 mg/kg。

表 A.9 镉测定的单元内绝对差

单位为毫克每千克

实验室 i	水平 j			
	A	B	C	D
1	0.94	1.76	0.17	1.38
2	2.30	2.24	1.16	2.51
3	0.05	0.53	0.10	0.17
4	1.87	0.25	0.08	0.33
5	0.13	0.29	0.31	0.21
6	0.40	0.05	0.06	0.63
7	1.08	0.66	0.74	0.32
8	0.18	0.33	0.10	2.40
9	0.23	1.21	0.09	0.54
10	0.08	0.10	0.82	0.01
11	0.15	0.05	0.02	0.17
12	0.21	0.65	0.29	1.39
13	0.26	1.07	0.12	2.83
14	0.67	1.25	0.41	0.07

A.3.4 一致性和离群值的检查

用 Mandel 的统计量 h 和统计量 k 检验一致性的图方法:

对每个实验室的每个水平,计算实验室间的一致性统计量 h 和每个实验室内的一致性统计量 k ,以每个实验室的不同水平为一组进行描点作图,得到 Mandel h 图和 k 图。

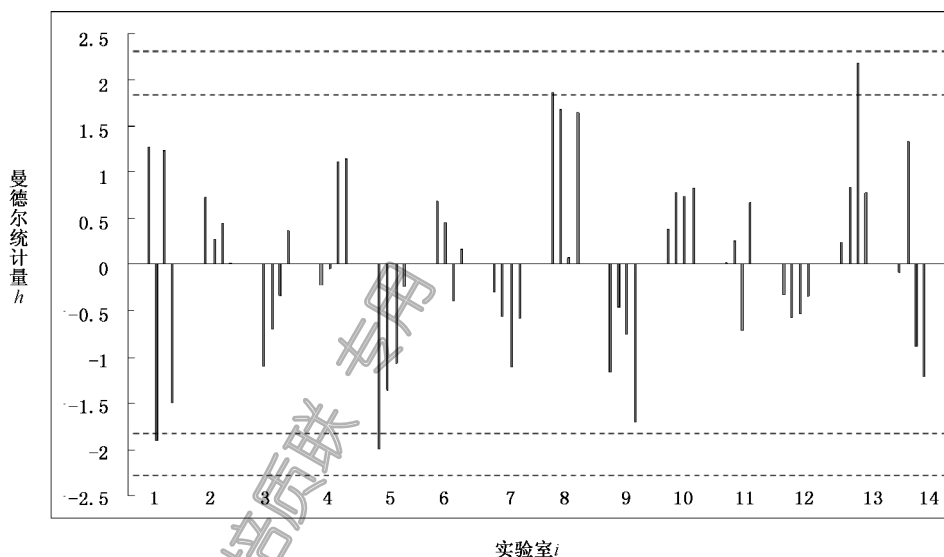


图 A.3 按实验室进行分组的实验室间一致性 Mandel 统计量 h

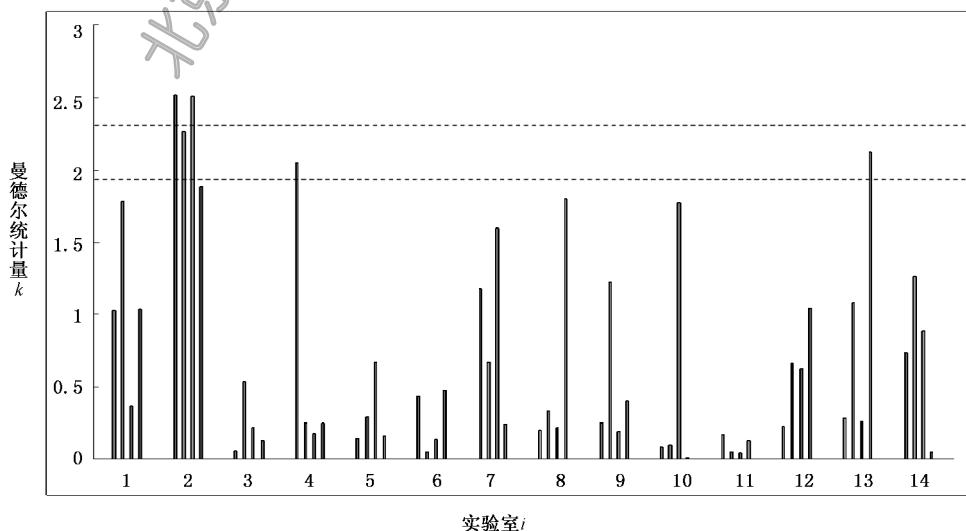


图 A.4 按实验室进行分组的实验室内一致性 Mandel 统计量 k

图中的水平虚线表示显著性水平分别为 1% 及 5% 时 Mandel 统计量 h 和统计量 k 的临界值。

h 图显示实验室 5 和实验室 8 在水平 A、实验室 1 在水平 B、实验室 13 在水平 C 出现了歧离值,没有出现离群值。

k 图显示实验室 2 多次出现重复性测试结果有较大的变异,实验室 13 在水平 D 也出现了重复性测试结果有较大的变异。

Cochran 检验法:

应用 Cochran 检验,计算得到的检验统计量 C 的值列于表 A.10。

购买单位: 北京中培质联
防伪编号: 2020-1228-0811-1715-3792
订单号: 0100201228073974

表 A.10 Cochran 检验统计量 C 的值

水平 j	A	B	C	D	检验类型
C	0.452	0.366	0.449	0.321	检验统计量
歧离值($p=14$)	0.492	0.492	0.492	0.492	检验临界值
离群值($p=14$)	0.599	0.599	0.599	0.599	

如果检验统计量大于 5% 临界值但小于或等于 1% 临界值,则被检验的项目为歧离值;

如果检验统计量大于 1% 临界值,则被检验的项目为离群值。

Cochran 检验表明没有歧离值(当然也不存在离群值)。

Grubbs 检验法

应用 Grubbs 检验,对单元平均值进行检验,得到的检验统计量 G 的值列于表 A.11。

表 A.11 对单元平均值的 Grubbs 检验

水平 $j; p$	单个低值	单个高值	两个低值	两个高值	检验类型
A	1.984	1.865	0.531	0.546	Grubbs 检验统计量
B	1.902	1.674	0.513	0.590	
C	1.101	2.186	0.789	0.441	
D	1.702	1.642	0.539	0.643	
歧离值($p=14$)	2.507	2.507	0.311 2	0.311 2	Grubbs 检验 临界值
离群值($p=14$)	2.755	2.755	0.228 0	0.228 0	

对一个离群观察值的 Grubbs 检验,大于 1% 临界值的为离群值;大于 5% 临界值的为歧离值。

对两个离群观察值的 Grubbs 检验,小于 1% 临界值的为离群值;小于 5% 临界值的为歧离值。

针对该组数据进行 Grubbs 检验表明没有歧离值(当然也没有离群值)。

A.3.5 总平均值与标准差的计算

对每个样品中镉含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算结果列于表 A.12,单位为 mg/kg。

表 A.12 镉含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算值

单位为毫克每千克

样品/水平	C	A	D	B
实验室数	14	14	14	14
离群值	0	0	0	0
平均值, \bar{x}	19.25	48.74	70.79	92.80
重复性标准差, s_r	0.327	0.646	0.943	0.699
再现性标准差, s_R	0.470	1.317	1.730	2.962

A.3.6 精密度与平均水平 \bar{x} 的关系

从表 A.12 中发现随着 \bar{x} 值的增加标准差也在增加,它们之间可能存在一定的函数关系。

经拟合发现 $\log s_r$ 、 $\log s_R$ 与 $\log x$ 存在较好的线性相关性,关系式如下:

$$\begin{aligned} \log s_r &= 0.586\ 2 \log x - 1.209 & R^2 &= 0.81 \\ \log s_R &= 1.116\ 7 \log x - 1.770\ 2 & R^2 &= 0.984\ 1 \end{aligned}$$

A.3.7 精密度结果

Cd 测量方法的精密度表述如下:

$$\text{重复性标准差: } s_r = 0.061\ 8x^{0.586\ 2}$$

$$\text{再现性标准差: } s_R = 0.017x^{1.116\ 7}$$

上述结论是通过 14 个实验室参与的一致水平试验获得的,试验中没有歧离值。

(按上式计算,对 Cd 含量为 20 mg/kg 的肥料样品,重复性标准差为 0.358 mg/kg,再现性标准差为 0.482 mg/kg;重复性限为 1.00 mg/kg,再现性限为 1.35 mg/kg)

A.4 铅测定结果统计

A.4.1 原始数据

共有 13 个实验室参加了对铅的测定,测定结果列于表 A.13,单位为 mg/kg。

表 A.13 铅测定的原始数据

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>							
	A		B		C		D	
1	50.91	52.64	95.34	98.03	17.14	16.58	87.72	86.61
2	52.48	50.14	97.60	102.00	19.15	20.62	90.47	92.43
3	48.70	47.92	94.20	99.18	19.95	20.92	89.32	91.57
4	50.40	51.32	103.05	101.70	18.74	19.06	92.89	93.56
5	51.12	51.08	102.75	102.22	18.51	18.49	95.34	100.15
6	53.47	51.20	97.26	97.29	18.67	18.39	88.98	90.94
7	52.57	52.13	98.19	99.41	17.89	18.71	89.87	89.15
8	48.67	49.83	97.73	96.20	18.68	18.07	96.32	92.82
9	51.46	49.72	99.99	97.55	17.62	17.98	84.40	88.76
10	51.08	51.17	96.98	98.06	17.98	18.32	91.20	90.13
11	46.95	47.06	95.57	94.98	15.45	15.35	84.76	83.77
12	52.43	52.21	100.52	99.45	18.17	18.57	91.23	87.57
13	51.89	52.34	104.43	106.20	19.47	19.81	94.79	99.01

A.4.2 单元平均值

对铅测定的单元平均值列于表 A.14,单位为 mg/kg。

表 A.14 铅测定的单元平均值

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	51.775	96.685	16.860	87.165
2	51.310	99.800	19.885	91.450
3	48.310	96.690	20.435	90.445
4	50.860	102.375	18.900	93.225
5	51.100	102.485	18.500	97.745
6	52.335	97.275	18.530	89.960
7	52.350	98.800	18.300	89.510
8	49.250	96.965	18.375	94.570
9	50.590	98.770	17.800	86.580
10	51.125	97.520	18.150	90.665
11	47.005	95.275	15.400	84.265
12	52.320	99.985	18.370	89.400
13	52.115	105.315	19.640	96.900

A.4.3 单元内绝对差

对铅测定的单元内绝对差列于表 A.15,单位为 mg/kg。

表 A.15 铅测定的单元内绝对差

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	1.73	2.69	0.56	1.11
2	2.34	4.40	1.47	1.96
3	0.78	4.98	0.97	2.25
4	0.92	1.35	0.32	0.67
5	0.04	0.53	0.02	4.81
6	2.27	0.03	0.28	1.96
7	0.44	1.22	0.82	0.72
8	1.16	1.53	0.61	3.50
9	1.74	2.44	0.36	4.36
10	0.09	1.08	0.34	1.07
11	0.11	0.59	0.10	0.99
12	0.22	1.07	0.40	3.66
13	0.45	1.77	0.34	4.22

A.4.4 一致性和离群值的检查

用 Mandel 的统计量 h 和统计量 k 检验一致性的图方法：

对每个实验室的每个水平，计算实验室间的一致性统计量 h 和每个实验室内的一致性统计量 k ，以每个实验室的不同水平为一组进行描点作图，得到 Mandel h 图和 k 图。

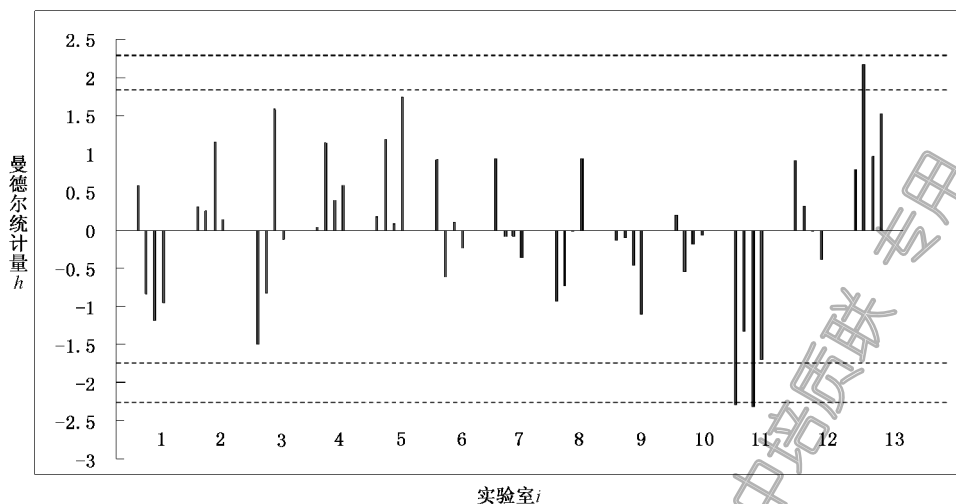


图 A.5 按实验室进行分组的实验室间一致性 Mandel 统计量 h

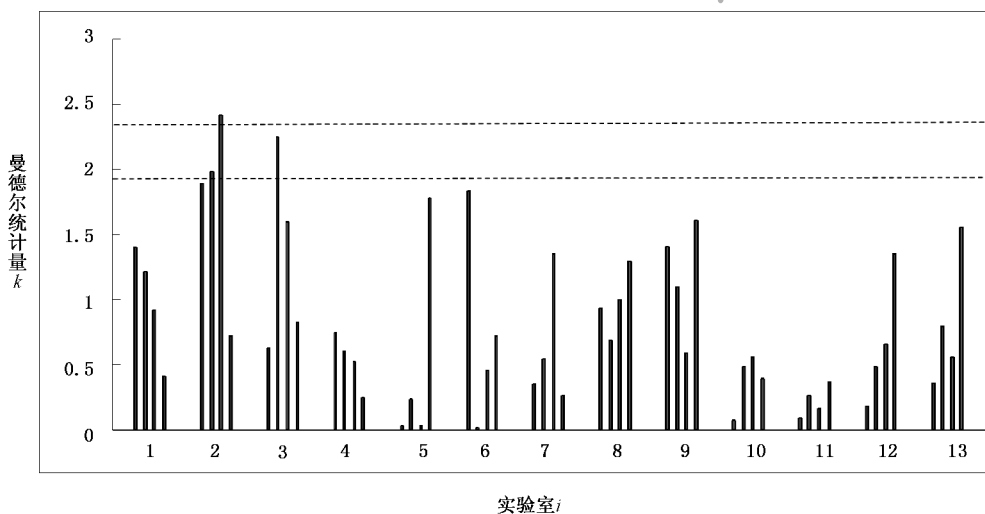


图 A.6 按实验室进行分组的实验室内一致性 Mandel 统计量 k

图中的水平虚线表示显著性水平分别为 1% 及 5% 时 Mandel 统计量 h 和统计量 k 的临界值。

h 图显示实验室 11 在水平 A、C 的试验结果比其余实验室的低，且已接近离群值；实验室 13 在水平 B 的试验结果偏高，属于歧离值。

k 图显示实验室 2 多次出现重复性测试结果有较大的变异，实验室 3 在水平 B 也出现了重复性测试结果有较大的变异。

Cochran 检验法：

应用 Cochran 检验，计算得到的检验统计量 C 的值列于表 A.16。

表 A.16 Cochran 检验统计量 C 的值

水平 j	A	B	C	D	检验类型
C	0.275	0.359	0.418	0.225	检验统计量
歧离值($p=13$)	0.515	0.515	0.515	0.515	检验临界值
离群值($p=13$)	0.624	0.624	0.624	0.624	

如果检验统计量大于 5% 临界值但小于或等于 1% 临界值,则被检验的项目为歧离值;

如果检验统计量大于 1% 临界值,则被检验的项目为离群值。

Cochran 检验表明没有歧离值(当然也不存在离群值)。

Grubbs 检验法

应用 Grubbs 检验,对单元平均值进行检验,得到的检验统计量 G 的值列于表 A.17。

表 A.17 对单元平均值的 Grubbs 检验

水平 $j; p$	单个低值	单个高值	两个低值	两个高值	检验类型
A	2.282	0.929	0.271 0	0.831 7	Grubbs 检验统计量
B	1.323	2.174	0.761 5	0.402 7	
C	2.322	1.581	0.338 9	0.624 0	
D	1.698	1.745	0.598 1	0.470 4	
歧离值($p=13$)	2.462	2.462	0.283 6	0.283 6	Grubbs 检验 临界值
离群值($p=13$)	2.699	2.699	0.201 6	0.201 6	

对一个离群观察值的 Grubbs 检验,大于 1% 临界值的为离群值;大于 5% 临界值的为歧离值。

对两个离群观察值的 Grubbs 检验,小于 1% 临界值的为离群值;小于 5% 临界值的为歧离值。

Grubbs 检验表明在水平 A,单元平均值最小的两个观察值同为歧离值,但在对其最小的观察值检验时在临界值内,故保留该测试值。

A.4.5 总平均值与标准差的计算

对每个样品中铅含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算结果列于表 A.18,单位为 mg/kg。

表 A.18 铅含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算值

单位为毫克每千克

样品/水平	C	A	D	B
实验室数	13	13	13	13
离群值	0	0	0	0
平均值, x	18.40	50.80	90.91	99.07
重复性标准差, s_r	0.446 0	0.875	1.987	1.630
再现性标准差, s_R	1.252	1.776	4.160	3.094

A.4.6 精密度与平均水平 x 的关系

从表 A.18 中发现随着 x 值的增加标准差也在增加,它们之间可能存在一定的函数关系。

订购号: 0100201228073974 防伪编号: 2020-1228-0811-1715-3792 购买单位: 北京中培质联

经拟合发现 $\log s_r$ 、 $\log s_R$ 与 $\log x$ 存在较好的线性相关性,关系式如下:

$$\log s_r = 0.8499 \log x - 1.446 \quad R^2 = 0.9533$$

$$\log s_R = 0.6432 \log x - 0.7494 \quad R^2 = 0.8515$$

A.4.7 精密度结果

Pb 测量方法的精密度表述如下:

$$\text{重复性标准差: } s_r = 0.0358x^{0.8499}$$

$$\text{再现性标准差: } s_R = 0.1781x^{0.6432}$$

上述结论是通过 13 个实验室参与的一致水平试验获得的,在水平 A,单元平均值最小的两个观察值同为歧离值,但在对其最小的观察值检验时在临界值内,故在精密度统计时该结果予以了保留。

(按上式计算,对 Pb 含量为 20 mg/kg 的肥料样品,重复性标准差为 0.457 mg/kg,再现性标准差为 1.223 mg/kg;重复性限为 1.28 mg/kg,再现性限为 3.42 mg/kg)

A.5 铬测定结果统计

A.5.1 原始数据

共有 13 个实验室参加了对铬的测定,测定结果列于表 A.19,单位为 mg/kg。

表 A.19 铬测定的原始数据

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>							
	A		B		C		D	
1	67.82	69.31	107.60	110.00	25.18	25.45	112.60	112.50
2	62.13	64.49	112.10	110.40	21.33	21.63	112.80	117.70
3	68.60	67.08	111.29	114.41	22.08	24.10	115.35	113.21
4	66.32	68.01	117.36	116.76	25.23	26.21	—	—
5	64.90	66.26	111.71	111.59	—	—	109.36	109.35
6	65.97	67.76	109.90	107.72	21.53	21.74	112.53	111.92
7	68.91	68.03	108.19	109.95	21.51	22.01	109.57	110.03
8	67.98	68.77	120.09	117.31	21.24	21.49	118.65	116.48
9	65.60	63.95	106.60	104.80	22.07	21.99	100.50	106.30
10	66.51	67.59	112.66	112.77	21.98	22.49	108.16	110.15
11	61.83	61.83	103.95	103.85	27.03	27.33	107.35	109.23
12	68.76	68.42	111.25	109.76	21.47	22.13	108.97	110.85
13	58.26	61.12	101.39	107.64	23.92	25.21	104.37	108.90

A.5.2 单元平均值

对铬测定的单元平均值列于表 A.20,单位为 mg/kg。

表 A.20 铬测定的单元平均值

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	68.565	108.800	25.315	112.550
2	63.310	111.250	21.480	115.250
3	67.840	112.850	23.090	114.280
4	67.165	117.060	25.720	—
5	65.580	111.650	—	109.355
6	66.865	108.810	21.635	112.225
7	68.470	109.070	21.760	109.800
8	68.375	118.700	21.365	117.565
9	64.775	105.700	22.030	103.400
10	67.050	112.715	22.235	109.155
11	61.830	103.900	27.180	108.290
12	68.590	110.505	21.800	109.910
13	59.690	104.515	24.565	106.635

A.5.3 单元内绝对差

对铬测定的单元内绝对差列于表 A.21,单位为 mg/kg。

表 A.21 铬测定的单元内绝对差

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	1.49	2.40	0.27	0.10
2	2.36	1.70	0.30	4.90
3	1.52	3.12	2.02	2.14
4	1.69	0.60	0.98	—
5	1.36	0.12	—	0.01
6	1.79	2.18	0.21	0.61
7	0.88	1.76	0.50	0.46
8	0.79	2.78	0.25	2.17
9	1.65	1.80	0.08	5.80
10	1.08	0.11	0.51	1.99
11	0.00	0.10	0.30	1.88
12	0.34	1.49	0.66	1.88
13	2.86	6.25	1.29	4.53

A.5.4 一致性和离群值的检查

用 Mandel 的统计量 h 和统计量 k 检验一致性的图方法：

对每个实验室的每个水平，计算实验室间的一致性统计量 h 和每个实验室内的一致性统计量 k ，以每个实验室的不同水平为一组进行描点作图，得到 Mandel h 图和 k 图。

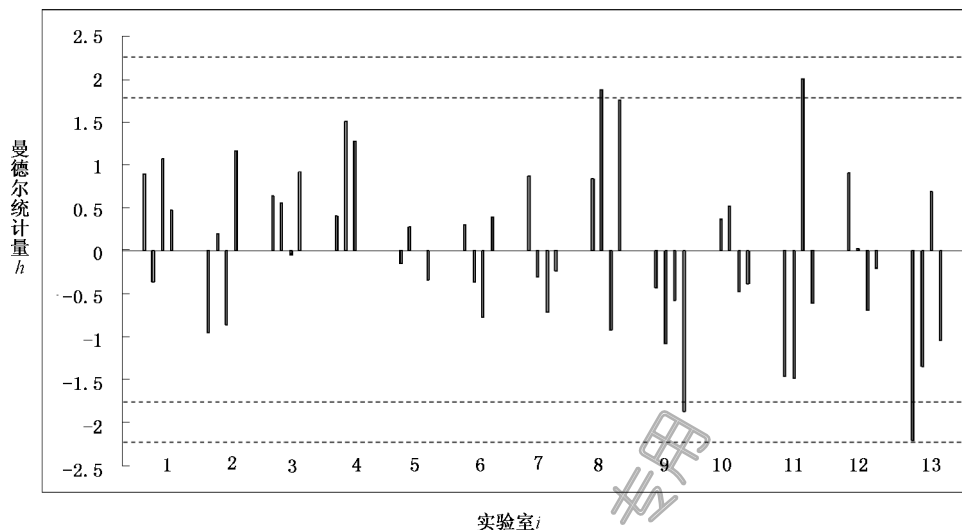


图 A.7 按实验室进行分组的实验室间一致性 Mandel 统计量 h

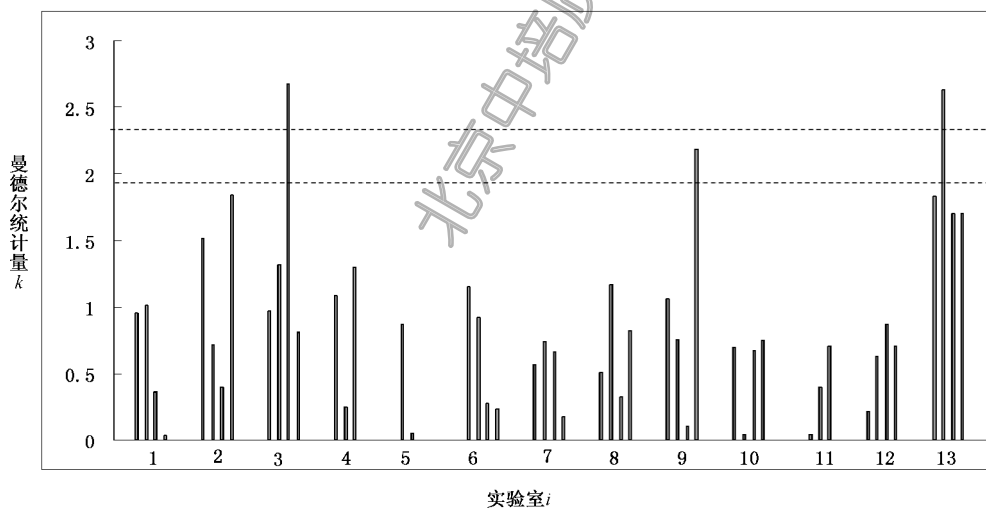


图 A.8 按实验室进行分组的实验室内一致性 Mandel 统计量 k

图中的水平虚线表示显著性水平分别为 1% 及 5% 时 Mandel 统计量 h 和统计量 k 的临界值。

h 图显示实验室 13 在水平 A、实验室 8 在水平 B、实验室 11 在水平 C、实验室 9 在水平 D 的试验结果为歧离值，没有出现离群值。

k 图显示，实验室 13 在水平 B、实验室 3 在水平 C 的重复性测试结果有较大的变异，实验室 9 在水平 D 也出现了重复性测试结果有较大的变异。

Cochran 检验法：

应用 Cochran 检验，计算得到的检验统计量 C 的值列于表 A.22。

表 A.22 Cochran 检验统计量 C 的值

水平 j	A	B	C	D	检验类型
C	0.259	0.495	0.509	0.340	检验统计量
歧离值($p=13$)	0.515	0.515	0.515	0.515	检验临界
离群值($p=13$)	0.624	0.624	0.624	0.624	

如果检验统计量大于 5% 临界值但小于或等于 1% 临界值, 则被检验的项目为歧离值;

如果检验统计量大于 1% 临界值, 则被检验的项目为离群值。

Cochran 检验表明没有歧离值(当然也不存在离群值)。

Grubbs 检验法

应用 Grubbs 检验, 对单元平均值进行检验, 得到的检验统计量 G 的值列于表 A.23。

表 A.23 对单元平均值的 Grubbs 检验

水平 $j; p$	单个低值	单个高值	两个低值	两个高值	检验类型
A; 13	2.214	0.905	0.310 5	0.840 3	Grubbs 检验统计量
B; 13	1.482	1.879	0.606 6	0.429 8	
C; 12	0.912	2.008	0.829 8	0.388 0	
D; 12	1.870	1.758	0.506 3	0.517 9	
歧离值 $p=12$	2.412	2.412	0.253 7	0.253 7	Grubbs 检验 临界值
$p=13$	2.462	2.462	0.283 6	0.283 6	
离群值 $p=12$	2.636	2.636	0.173 8	0.173 8	
$p=13$	2.699	2.699	0.201 6	0.201 6	

对一个离群观察值的 Grubbs 检验, 大于 1% 临界值的为离群值; 大于 5% 临界值的为歧离值。

对两个离群观察值的 Grubbs 检验, 小于 1% 临界值的为离群值; 小于 5% 临界值的为歧离值。

针对该组数据进行 Grubbs 检验表明没有歧离值(当然也不存在离群值)。

A.5.5 总平均值与标准差的计算

对每个样品中铬含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算结果列于表 A.24, 单位为 mg/kg。

表 A.24 铬含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算值

单位为毫克每千克

样品/水平	C	A	B	D
实验室数	12	13	13	12
离群值	0	0	0	0
平均值, \bar{x}	23.18	66.01	110.42	110.70
重复性标准差, s_r	0.578	1.102	1.742	2.032
再现性标准差, s_R	1.929	2.958	4.573	4.160

A.5.6 精密度与平均水平 x 的关系

从表 A.24 中发现随着 x 值的增加标准差也在增加,它们之间可能存在一定的函数关系。

经拟合发现 $\log s_r$ 、 $\log s_R$ 与 $\log x$ 存在较好的线性相关性,关系式如下:

$$\log s_r = 0.755 2 \log x - 1.284 8 \quad R^2 = 0.971 4$$

$$\log s_R = 0.521 9 \log x - 0.439 9 \quad R^2 = 0.966 9$$

A.5.7 精密度结果

Cr 测量方法的精密度表述如下:

重复性标准差: $s_r = 0.051 9x^{0.755 2}$

再现性标准差: $s_R = 0.363 2x^{0.521 9}$

上述结论是通过 13 个实验室参与的一致水平试验获得的,试验中没有歧离值。

(按上式计算,对 Cr 含量为 20 mg/kg 的肥料样品,重复性标准差为 0.499 mg/kg,再现性标准差为 1.734 mg/kg;重复性限为 1.40 mg/kg,再现性限为 4.86 mg/kg)

A.6 汞测定结果统计

A.6.1 原始数据

共有 11 个实验室参加了对汞的测定,测定结果列于表 A.25,单位为 mg/kg。

表 A.25 汞测定的原始数据

单位为毫克每千克

实验室 i	水平 j							
	A		B		C		D	
1	8.87	9.13	—	—	69.36	72.36	44.02	45.17
2	9.13	9.58	122.29	125.00	74.83	75.82	46.21	49.52
3	7.45	7.82	104.42	108.01	65.18	65.3	39.07	39.26
4	8.30	8.19	116.09	116.96	71.00	72.38	45.11	44.73
5	9.19	9.47	123.08	122.53	71.36	70.73	42.76	42.23
6	9.17	8.95	119.51	120.91	69.78	68.86	43.85	43.35
7	8.19	8.00	122.75	122.82	—	—	45.00	43.07
8	8.43	9.58	128.10	127.30	75.37	78.10	43.24	43.50
9	7.42	7.43	125.39	125.51	69.93	69.96	42.42	42.06
10	7.86	7.85	118.29	118.60	73.80	72.91	44.40	44.31
11	9.10	8.83	122.07	118.38	68.71	69.82	44.31	43.05

A.6.2 单元平均值

对汞测定的单元平均值列于表 A.26,单位为 mg/kg。

表 A.26 汞测定的单元平均值

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	9.000	—	70.860	44.595
2	9.355	123.645	75.325	47.865
3	7.635	106.215	65.240	39.165
4	8.245	116.525	71.690	44.920
5	9.330	122.805	71.045	42.495
6	9.060	120.210	69.320	43.600
7	8.095	122.785	—	44.035
8	9.005	127.700	76.735	43.370
9	7.425	125.450	69.945	42.240
10	7.855	118.445	73.355	44.355
11	8.965	120.225	69.265	43.680

A.6.3 单元内绝对差

对汞测定的单元内绝对差列于表 A.27, 单位为 mg/kg。

表 A.27 汞测定的单元内绝对差

单位为毫克每千克

实验室 <i>i</i>	水平 <i>j</i>			
	A	B	C	D
1	0.26	—	3.00	1.15
2	0.45	2.71	0.99	3.31
3	0.37	3.59	0.12	0.19
4	0.11	0.87	1.38	0.38
5	0.28	0.55	0.63	0.53
6	0.22	1.40	0.92	0.50
7	0.19	0.07	—	1.93
8	1.15	0.80	2.73	0.26
9	0.01	0.12	0.03	0.36
10	0.01	0.31	0.89	0.09
11	0.27	3.69	1.11	1.26

A.6.4 一致性和离群值的检查

用 Mandel 的统计量 h 和统计量 k 检验一致性的图方法:

对每个实验室的每个水平, 计算实验室间的一致性统计量 h 和每个实验室内的一致性统计量 k , 以

每个实验室的不同水平为一组进行描点作图,得到 Mandel h 图和 k 图。

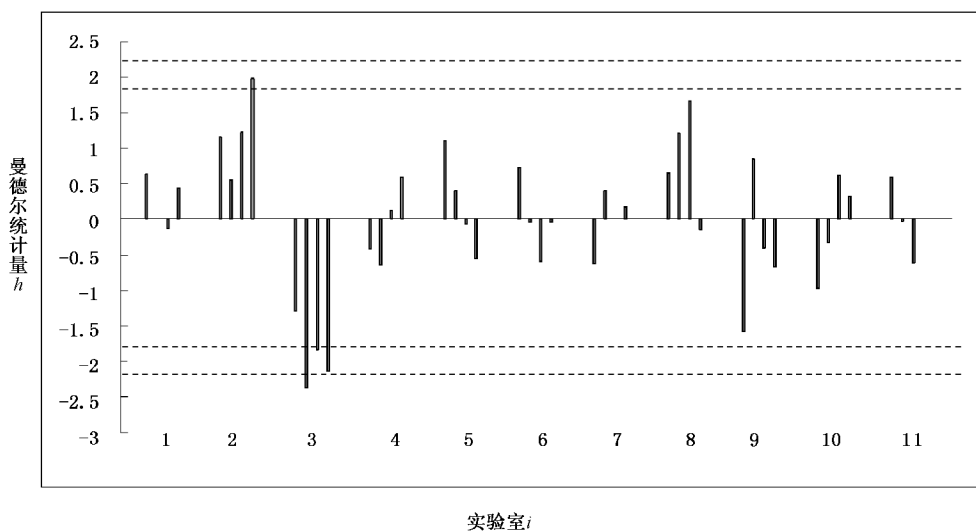


图 A.9 按实验室进行分组的实验室间一致性 Mandel 统计量 h

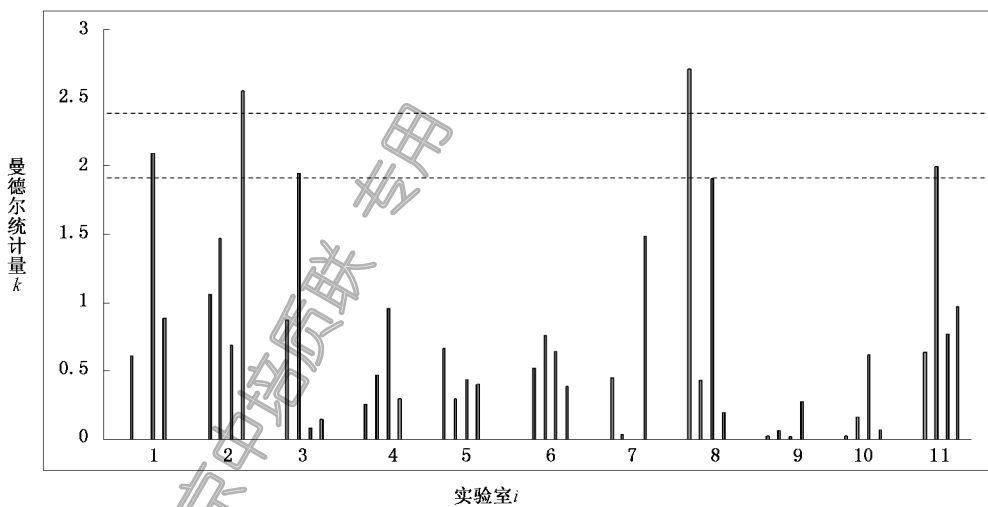


图 A.10 按实验室进行分组的实验室内一致性 Mandel 统计量 k

图中的水平虚线表示显著性水平分别为 1% 及 5% 时 Mandel 统计量 h 和统计量 k 的临界值。

h 图显示实验室 3 在水平 B、C、D 的试验结果较其余实验室低,甚至有离群值出现;实验室 2 在水平 D 出现了歧离值。

k 图显示实验室 8 在水平 A、实验室 3 和实验室 11 在水平 B、实验室 1 在水平 C、实验室 2 在水平 D 均出现重复性测试结果有较大的变异。

Cochran 检验法:

应用 Cochran 检验,计算得到的检验统计量 C 的值列于表 A.28。

表 A.28 Cochran 检验统计量 C 的值

水平 j	A	B	C	D	检验类型
C	0.669(11)	0.362(10)	0.398(10)	0.592(11)	检验统计量
岐离值					检验临界值
$p=10$	0.602	0.602	0.602	0.602	
$p=11$	0.570	0.570	0.570	0.570	
离群值					
$p=10$	0.718	0.718	0.718	0.718	
$p=11$	0.684	0.684	0.684	0.684	

如果检验统计量大于 5% 临界值但小于或等于 1% 临界值, 则被检验的项目为岐离值;

如果检验统计量大于 1% 临界值, 则被检验的项目为离群值。

Cochran 检验表明在水平 A, 实验室 8 的单元内绝对差较大, Cochran 检验统计量为 0.669; 在水平 D, 实验室 2 的单元内绝对差也较大, Cochran 检验统计量为 0.592, 两者均属于岐离值, 但还不属于离群值, 故予以保留。

Grubbs 检验法

应用 Grubbs 检验, 对单元平均值进行检验, 得到的检验统计量 G 的值列于表 A.29。

表 A.29 对单元平均值的 Grubbs 检验

水平 $j; p$	单个低值	单个高值	两个低值	两个高值	检验类型
A; 11	1.583	1.151	0.493	0.686	Grubbs 检验统计量
B; 10	2.376	1.222	0.199	0.695	
C; 10	1.839	1.662	0.745	0.408	
D; 11	2.135	1.992	0.411	0.493	
岐离值					Grubbs 检验 临界值
$p=10$	2.290	2.290	0.186 4	0.186 4	
$p=11$	2.355	2.355	0.221 3	0.221 3	
离群值					
$p=10$	2.482	2.482	0.115 0	0.115 0	
$p=11$	2.564	2.564	0.144 8	0.144 8	

对一个离群观察值的 Grubbs 检验, 大于 1% 临界值的为离群值; 大于 5% 临界值的为岐离值。

对两个离群观察值的 Grubbs 检验, 小于 1% 临界值的为离群值; 小于 5% 临界值的为岐离值。

Grubbs 检验表明在水平 B, 实验室 3 的单元平均值属于岐离值, 但还不属于离群值, 故予以保留。

A.6.5 总平均值与标准差的计算

对每个样品中汞含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算结果列于表 A.30, 单位为 mg/kg。

表 A.30 汞含量的平均值、 s_r 、 s_R 的计算值

单位为毫克每千克

样品/水平	A	D	C	B
实验室数	11	11	10	10
离群值	0	0	0	0
平均值, \bar{x}	8.54	43.66	71.28	120.40
重复性标准差, s_r	0.300	0.917	1.063	1.372
再现性标准差, s_R	0.737	2.205	3.365	6.050

A.6.6 精密度与平均水平 \bar{x} 的关系

从表 A.30 中发现随着 \bar{x} 值的增加标准差也在增加,它们之间可能存在一定的函数关系。

经拟合发现 $\log s_r$ 、 $\log s_R$ 与 $\log \bar{x}$ 存在较好的线性相关性,关系式如下:

$$\log s_r = 0.5824 \log \bar{x} - 1.0464 \quad R^2 = 0.984$$

$$\log s_R = 0.7715 \log \bar{x} - 0.8747 \quad R^2 = 0.9862$$

A.6.7 精密度结果

Hg 测量方法的精密度表述如下:

$$\text{重复性标准差: } s_r = 0.0899 \bar{x}^{0.5824}$$

$$\text{再现性标准差: } s_R = 0.1334 \bar{x}^{0.7715}$$

上述结论是通过 11 个实验室参与的一致水平试验获得的。

(按上式计算,对 Hg 含量为 20 mg/kg 的肥料样品,重复性标准差为 0.515 mg/kg,再现性标准差为 1.346 mg/kg;重复性限为 1.44 mg/kg,再现性限为 3.77 mg/kg)

A.7 结论

按本标准完成了对肥料样品中的砷、镉、铅、铬、汞含量测定的国际间实验室比对试验。

在全球共征集到 15 个实验室参加比对试验,最终有 14 个实验室提供了试验数据。

对试验结果的精密度统计按 ISO 5725-2:1994 进行。

统计发现有 1 个离群值、5 个歧离值,没有离群实验室,所产生的歧离值或离群值是由随机误差引起的。

经统计得到的精密度结果能用来确定试验方法的重复性标准差和再现性标准差。

同时精密度结果表明本标准中的试验方法是可行的,各实验室间的测定值有较好的一致性。

参 考 文 献

[1] Official Method A. O. A. C. 03, Arsenic, Cadmium, Cobalt, Chromium, Lead, Molybdenum, Nickel and Selenium in Fertilizers, 2006

[2] FprEN 16317:2013, Fertilizers—Determination of trace elements—Determination of arsenic by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) after aqua regia dissolution

[3] FprEN 16319:2013, Fertilizers—Determination of trace elements—Determination of cadmium, chromium, lead and nickel by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) after aqua regia dissolution

[4] FprEN 16320: 2013, Fertilizers—Determination of trace elements—Determination of mercury by vapour generation (VG) after aqua regia dissolution

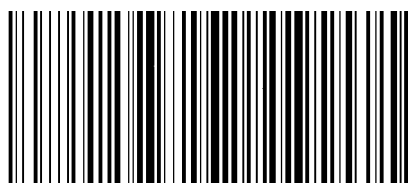
北京中培质联联用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 39229-2020
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100201228073974
防伪号: 2020-1228-0811-1715-3792
时 间: 2020-12-28
定 价: 39元



GB/T 39229-2020

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

肥料和土壤调理剂

砷、镉、铬、铅、汞含量的测定

GB/T 39229—2020/ISO 17318:2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2020年11月第一版

*

书号: 155066·1-65946

版权专有 侵权必究