



中华人民共和国国家标准

GB/T 12687.1—2010

代替 GB/T 12687.3—1990、GB/T 12687.4—1990、GB/T 12687.6—1990

硝酸稀土植物生长调节剂化学分析方法 第 1 部分：砷、汞、铅、镉、铬量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Chemical analysis methods of rare earth nitrate
for growth regulator for plant—
Part 1: Determination of arsenic, mercury, lead, cadmium
and chromium contents—
Inductively coupled plasma mass spectrometry method

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12687《硝酸稀土植物生长调节剂化学分析方法》共分 3 个部分：

- 第 1 部分：砷、汞、铅、镉、铬量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 2 部分：氯量的测定；
- 第 3 部分：水不溶物量的测定 重量法。

本部分为第 1 部分。

本部分是对 GB/T 12678.3—1990、GB/T 12678.4—1990、GB/T 12678.6—1990 的修订。

本部分与 GB/T 12678.3—1990、GB/T 12678.4—1990、GB/T 12678.6—1990 相比，主要变化如下：

- 采用电感耦合等离子体质谱法代替发生氢化物火焰原子吸收光谱法测定砷量；
- 采用电感耦合等离子体质谱法代替火焰原子吸收光谱法测定汞量；
- 采用电感耦合等离子体质谱法代替二苯氨基脲分光光度法测定铬量，测定范围由 0.000 3%~0.010%调整为 0.000 1%~0.010%；
- 采用电感耦合等离子体质谱法代替火焰原子吸收光谱法测定铅、镉含量，铅的测定范围由 0.001 0%~0.010%调整为 0.000 1%~0.010%，镉的测定范围由 0.000 1%~0.001 0%调整为 0.000 1%~0.010%；
- 增加了精密度(重复性)条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分由包头稀土研究院、包钢稀土高科股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：王长华、李继东、杨萍。

本部分参加起草人：张翼明、张立峰、魏晓鸥、常瑞敏、郑昆。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12678.3—1990,GB/T 12678.4—1990,GB/T 12678.6—1990。

硝酸稀土植物生长调节剂化学分析方法

第 1 部分：砷、汞、铅、镉、铬量的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

GB/T 12687 的本部分规定了硝酸稀土植物生长调节剂中砷、汞、铅、镉、铬量的测定方法。

本部分适用于硝酸稀土植物生长调节剂中砷、汞、铅、镉、铬量的测定，测定范围见表 1。

表 1

元 素	质量分数/%
砷	0.000 02~0.002 0
汞	0.000 02~0.001 0
铅、镉、铬	0.000 1~0.010

2 方法原理

试料以稀硝酸溶解，在稀硝酸介质中，以氩等离子体为离子化源，直接测定汞、铅、镉和铬；以草酸沉淀钨基体后进行砷的质谱测定，溶液中氯和残留钨产生的干扰分别采用校正方程和干扰系数法校正。以内标法校正基体的影响。

3 试剂与材料

3.1 过氧化氢(ρ 1.44 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(1+1)，优级纯。

3.3 硝酸(1+19)，优级纯。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)，优级纯。

3.5 氢氧化钠溶液(100 g/L)，优级纯。

3.6 草酸溶液(80 g/L)，优级纯。

3.7 砷标准贮存溶液：准确称取 1.320 0 g 烘干至恒重并冷却至室温的三氧化二砷(优级纯)，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.5)溶解，以酚酞作指示剂，用硝酸(3.2)中和至溶液呈无色，再过量 2 滴。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 砷。

3.8 汞标准贮存溶液：准确称取 1.000 0 g 金属汞[$w(\text{Hg}) \geq 99.99\%$]于 250 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸(3.2)，低温加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 汞。

3.9 铅标准贮存溶液：准确称取 1.000 0 g 金属铅[$w(\text{Pb}) \geq 99.99\%$]于 250 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸(3.2)，加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 铅。

3.10 镉标准贮存溶液：准确称取 1.000 0 g 金属镉[$w(\text{Cd}) \geq 99.99\%$]于 250 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸(3.2)，加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 镉。

3.11 铬标准贮存溶液：准确称取 3.735 0 g 预先于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干恒重并在干燥器中冷至室温的铬酸钾(优级纯)，置于 250 mL 烧杯中，加少量水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混