



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

GB/T 12687.1—2010

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

中华人民共和国
国家标准
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
GB/T 12687.1—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

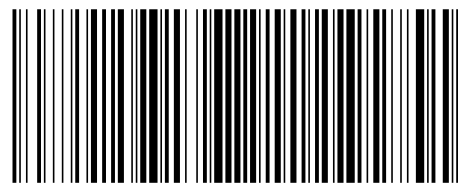
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2011年5月第一版 2011年5月第一次印刷

*
书号：155066·1-42487 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 12687.1—2010

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。

ρ_2 ——分析试液中残留氧化钼对 As 产生的干扰质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL),按式(2)计算;

V_2 ——试液的测定体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

k ——干扰校正系数,即单位质量浓度氧化钼对砷产生的干扰质量浓度;

ρ_3 ——分析试液中残留氧化钼质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 5 数据采用线性内插法求得。

表 5

元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
砷	0.000 11	0.000 03
	0.000 65	0.000 10
	0.001 1	0.000 2
	0.002 0	0.000 3
汞	0.000 09	0.000 04
	0.000 47	0.000 10
	0.001 0	0.000 2
铅	0.000 05	0.000 02
	0.000 26	0.000 06
	0.002 1	0.000 3
	0.009 6	0.000 6
镉	0.000 20	0.000 05
	0.001 9	0.000 3
	0.009 4	0.000 5
铬	0.000 06	0.000 02
	0.000 25	0.000 06
	0.002 0	0.000 3
	0.009 4	0.000 6

注:重复性限(r)为 $2.83 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 6 所列允许差。

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;以草酸沉淀钼基体后进行砷的质谱测定,溶液中氯和残留钼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