

天 津 市 地 方 标 准

DB12/T 1024—2020

水溶肥料 汞、砷、镉、铅、铬的测定 电感
耦合等离子体质谱法

Determination of mercury, arsenic, cadmium, lead and chromium contents of
water-soluble fertilizers—Inductively coupled plasma mass spectrometry

地方标准信息服务平台

2020 - 12 - 28 发布

2021 - 02 - 01 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由天津市农业农村委员会提出并归口。

本文件起草单位：天津市农业质量标准与检测技术研究所、微思行（北京）科技有限公司。

本文件主要起草人：张强、陈秋生、郭永泽、殷萍、刘征辉、陈继欣、刘璐、白雪、刘焯潼、徐石勇、孙瑞、苏芳、程禹。

地方标准信息服务平台

水溶肥料 汞、砷、镉、铅、铬的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了水溶肥料中汞（Hg）、砷（As）、镉（Cd）、铅（Pb）、铬（Cr）含量的电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）测定方法原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算以及精密度。

本标准适用于水溶肥料中汞、砷、镉、铅、铬含量的测定。方法检出限制为汞：0.38 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、砷：0.063 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、镉：0.042 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铅：0.052 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铬：0.085 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 2843 化肥产品化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样采用王水湿法消解处理，样品消解液经雾化进入ICP炬管中，转化为带电荷的离子，质谱仪根据质荷比进行分离。对于一定的质荷比，质谱的信号强度与进入质谱仪的离子数成正比，即样品浓度与质谱信号强度成正比。通过测量信号强度，即可对样品消解液中汞、砷、镉、铅、铬含量进行测定。

5 试剂和材料

5.1 本标准所用试剂除另有说明外，均为分析纯试剂，试验用水为符合 GB/T 6682 中规定的二级水。所述溶液如未注明规格和配制方法时，均应符合 HG/T 2843 的规定。

5.2 硝酸（ HNO_3 ）： $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.3 盐酸（ HCl ）： $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.4 硝酸溶液(2+98)：取 20mL 硝酸（4.1）慢慢加入 980mL 水中。

5.5 王水：将盐酸（4.2）与硝酸（4.1）按体积比 3：1 混合，放置 20min 后使用。

5.6 内标储备溶液（Li, Sc, Ge, Y, In, Tb, Bi）： $10\mu\text{g/mL}$ 。

5.7 内标使用液（Li, Sc, Ge, Y, In, Tb, Bi） $1\mu\text{g/mL}$ ：分取内标储备溶液（4.4）5.00mL 于 50mL 容量瓶中，用硝酸（4.3）稀释至刻度，此溶液浓度为 $1\mu\text{g/mL}$ 。

5.8 调谐液（Li、Y、Ce、Tl、Co）： $10\mu\text{g/L}$ 。