ICS 67.050

B20

团体标准

T/ NAIA XXX—XXXX

高盐食品中铅、镉、铜、镍的测定 电感 耦合等离子体质谱（ICP-MS）法

Determination of lead, cadmium, copper and nickel in high salt food -

Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) method

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本标准按照 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》规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院、宁夏回族自治区食品质量监督检验二站、宁夏回族自治区药品检验研究院、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：李谦、李震全、张小飞。

本标准于 XXXX 年 XX 月 XX 日首次发布。

高盐食品中铅镉铜镍的测定 电感耦合等离子质谱（ICP-MS）法

1 范围

本标准规定了高盐食品中铅、镉、铜、镍的电感耦合等离子体定质谱法。

本标准适用于高盐食品中铅、镉、铜、镍的测定。

高盐食品包括食盐、加盐味精、鸡精、酱油、耗油、火锅底料、辣椒酱等调味料；咸肉、榨菜、火腿等腌制或盐渍蔬菜和肉类等。

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 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.13 食品安全国家标准 食品中铜的测定

GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.138 食品安全国家标准 食品中镍的测定

GB 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样加酸、双氧水经微波消解仪消解后，过固相萃取柱，除去干扰的盐分，洗脱后由电感耦合等离子体质谱仪测定，以元素特定质量数（质荷比， m/z ）定性，采用外标法，以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

4 试剂和材料

4.1 材料

4.1.1 硝酸（ HNO_3 ）：优级纯。

4.1.2 双氧水（ H_2O_2 ）：优级纯。

4.1.3 乙酸铵（ $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_2$ ）：优级纯。

4.1.4 冰乙酸（ $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ）：优级纯。

4.1.5 水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1.6 所用玻璃仪器均需以硝酸（1+4）浸泡 24h 以上，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净。

4.2 试剂

4.2.1 乙酸铵溶液（0.1 mol/L）：称取 7.7 g 乙酸铵，加水溶解，临用时，pH 值调节为 pH=5.5，定容至 1 000 mL。

4.2.2 乙酸铵溶液（0.5 mol/L）：称取 38.5 g 乙酸铵，加水溶解，临用时，pH 值调节为

pH=5.5, 定容至 1 000 mL。

4.2.3 乙酸铵溶液 (2 mol/L): 称取 154.0 g 乙酸铵, 加水溶解, 临用时, pH 值调节为 pH=5.5, 定容至 1 000 mL。

4.2.4 硝酸溶液 (3 mol/L): 量取 207 mL 硝酸, 缓慢加入 400 mL 水中, 冷却后加水定容至 1 000 mL。

4.2.5 硝酸 (1%): 取 10.0 mL 硝酸加入 100 mL 水中, 稀释至 1 000 mL。

4.2.6 硝酸 (5+95): 取 50.0 mL 硝酸缓慢加入 950 mL 水中, 混匀。

4.2.7 氦气 (He): 氦气 ($\geq 99.995\%$)。

4.2.8 氩气 (Ar): 氩气 ($\geq 99.995\%$)。

4.3 标准品

4.4.1 金属铅、镉、铜、镍标准贮备液 (1000 mg/L): 购买经国家认证并授予标准物质证书的元素标准贮备液。

4.4.2 内标元素贮备液 (^{45}Sc 、 ^{111}In 、 ^{209}Bi): 购买经国家认证并授予标准物质证书的多元素内标贮备液。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 铅、镉、铜、镍标准使用液 (1.0 $\mu\text{g/mL}$): 吸取铅、镉、铜、镍标准储备液 100.0 μL 于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1%) 定容至刻度, 成每毫升含 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 铅、镉、铜、镍的标准使用液。

4.4.2 铅、镉、铜、镍标准曲线工作液: 准确吸取铅、镉、镍标准使用液 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1%) 定容至刻度, 即得到含铅、镉、镍量分别为 0 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、30.0 ng/mL、50.0 ng/mL 的标准系列溶液。准确吸取铜标准使用液 0 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、30.0 mL、50.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1%) 定容至刻度, 即得到含铜量分别为 0 ng/mL、10.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL、300.0 ng/mL、500.0 ng/mL 的标准系列溶液。

4.5.3 内标元素使用液 (^{45}Sc 、 ^{111}In 、 ^{209}Bi): 取适量内标单元素贮备液, 用硝酸 (5+95) 配制合适浓度的内标使用液。

注: 内标溶液既可在配制标准工作溶液和样品消化液中手动定量加入, 也可由仪器在线加入。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) (采样锥、截取锥为铂锥)。

5.2 固相萃取柱。

5.3 天平: 感量 0.1 mg 和 1 mg。

5.4 微波消解仪。

5.5 样品粉碎设备。

5.6 赶酸仪。

5.7 酸度计: 精度为 0.01。

5.8 纯水仪。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 在采样和试样制备过程中，应避免试样污染。

6.1.2 固体、半固体类样品：加盐味精、食盐、鸡精、咸肉、酱腌菜、火锅底料等粉碎均匀，将样品装入洁净聚乙烯瓶中，并标明标记，按样品保存条件保存备用。

6.1.3 液体、半液体类样品：酱油、耗油，将样品摇匀，装入洁净玻璃瓶中，并标明标记，密封常温保存备用。

6.2 样品处理

6.2.1 需要消解的样品称取试样 0.2 g~0.5 g 左右（精确至 0.0001 g）；加入 3.0 mL 优级纯的硝酸、1.0 mL 优级纯的双氧水，置于超级微波消解仪中消解，放冷取出，置于赶酸仪中赶酸至 0.5 mL，取出冷却至室温，用去离子水定容至 50 mL。

微波消解条件见表 A.1。

6.2.2 无需消解的样品（食盐、加盐味精）：称取试样 0.5 g~1.0 g 左右（精确至 0.0001 g），加入去离子水溶解，再加入 2 mol/L 的乙酸铵溶液 30 mL，用去离子水定容至 50 mL。

6.2.4 固相萃取柱净化样品

- 1) 活化:
- 2) 上样
- 3) 淋洗
- 4) 洗脱
- 5) 定容

6.3 仪器参考条件

6.3.1 仪器操作条件：仪器操作条件见表 A.2；铅、镉、铜、镍元素的分析模式见表 A.3。

注：对没有合适消除干扰模式的仪器，需采用干扰校正方程对测定结果进行校正。干扰校正方程见表 A.4。

6.3.2 测定参考条件

调谐仪器达到测定要求后，编辑测定方法，根据待测元素的性质选择响应的内标元素，待测元素和内标元素见表 A.5。

6.4 标准曲线的制作

将铅、镉、铜、镍元素标准溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定待测元素和内标元素的信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标，绘制标准曲线。

6.5 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定待测元素和内标元素的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中铅、镉、铜、镍元素的浓度。

7 分析结果的表述

试样中元素的含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中：

- X —— 试样中元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c —— 消解液中元素的含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
 c_0 —— 空白液中元素的含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
 V —— 消解液定容总体积，单位为毫升（mL）；
 m —— 样品质量，单位为克（g）；
1000 —— 换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20 %。

9 其他

当称样量为 0.3 g，定容体积为 50 mL，铅的检出限为 0.0004 mg/kg，镉的检出限为 0.003 mg/kg，铜的检出限为 0.002 mg/kg，镍的检出限为 0.001 mg/kg；铅的定量限为 0.001 mg/kg，镉的定量限为 0.009mg/kg，铜的定量限为 0.006 mg/kg，镍的定量限为 0.004 mg/kg。

仪器参考条件

A.1 微波消解仪参考条件见表 A.1

表 A.1 超级微波消解仪参考条件

消解方式	步骤	设定温度/°C	升温时间/min	恒温时间/min	功率/W	保护温度/°C	保护压力/KPa
微波消解	1	90	10	5	1 200	60	13 000
	2	150	10	5			
	3	185	10	5			
	4	220	10	10			

A.2 电感耦合等离子体质谱仪

A.2.1 仪器操作参考条件见表 A.2

表 A.2 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)

参数名称	参数	参数名称	参数
射频功率	1 500 W	雾化器	同心雾化器
等离子体气流量	15 L/min	采样锥/截取锥	镍锥/铂锥
载气流量	1.0 L/min	采样深度	8~10 mm
辅助气流量	1.0 L/min	采集模式	He 模式
氦气流量	2~5 mL/min	检测方式	自动
雾化室温度	2°C	每峰测定点数	1~3
样品提升速率	0.3 r/min	重复次数	3

A.2.2 元素分析模式参考表 A.3

表 A.3 元素分析模式

元素名称	元素符号	分析模式
铅	Pb	碰撞反应池
镉	Cd	碰撞反应池
铜	Cu	碰撞反应池
镍	Ni	碰撞反应池

A.2.3 元素干扰校正方程参考表 A.4

表 A.4 干扰校正方程

同位素	推荐的校正方程
^{114}Cd	$[\text{Cd}] = [\text{Cd}^{114}] - 1.6285 \times [\text{Cd}^{108}] - 0.0149 \times [\text{Cd}^{118}]$
^{208}Pb	$[\text{Pb}] = [\text{Pb}^{206}] + [\text{Pb}^{207}] + [\text{Pb}^{208}]$

A.2.4 待测元素和内标元素同位素 (m/z) 的选择参考表 A.5

表 A.5 待测元素推荐选择的同位素和内标元素

序号	元素	m/z	内标
1	铅	206/207/208	^{209}Bi
2	镉	111	^{115}In
3	铜	63/65	^{72}Ge
4	镍	60	^{72}Ge