

团体标准

T/ NAIA×××-××××

枸杞中稀土元素的测定 电感耦合等离子 体质谱法

Determination of rare earth elements in wolfberry- inductively coupled plasma
mass spectrometry

2023-××-××发布

2023-××-××实施

宁夏化学分析测试协会 发布

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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：开建荣、王彩艳、李彩虹、王晓静、杨春霞、牛艳、王芳、刘霞、杨静、赵子丹、石欣、张艳、吴燕、王晓菁、张小飞。

本文件为首次发布。

枸杞中稀土元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了枸杞中稀土元素的电感耦合等离子体质谱测定方法。

本文件适用于枸杞中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、铟、铪、铌、钼、铯、钡、镧、铈、铉、铊、铋的电感耦合等离子体质谱法测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经消解后，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强度与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

4 试剂与材料

除非另有规定外，本方法所用试剂均为优级纯，水符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 硝酸(HNO_3): 优级纯或更高纯度。

4.1.2 氩气(Ar): 氩气($\geq 99.995\%$)或液氩。

4.1.3 氦气(He): 氦气($\geq 99.995\%$)。

4.1.4 金元素(Au)溶液(1000mg/L)。

4.2 试剂配制

硝酸溶液(5+95): 取 50mL 硝酸，缓慢加入 950mL 水中，混匀。

4.3 标准品

元素贮备液(1000mg/L 或 100mg/L): 镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、铟、铪、铌、钼、铯、钡、镧、铈、铉、铊、铋，采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备液。

4.4 标准溶液配制

混合标准工作溶液: 吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液, 用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配成混合标准工作溶液系列。各元素质量浓度见 A.1。

注: 依据样品消解溶液中元素质量浓度水平, 适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

5 仪器与设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

5.2 天平: 感量为 0.1mg 和 1mg。

5.3 微波消解仪: 配有聚四氟乙烯消解内罐。

5.4 样品粉碎设备: 匀浆机、高速粉碎机。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

枸杞样品经晾晒或低温烘干, 粉碎均匀后, 装入洁净的聚乙烯瓶中, 标记, 密封保存备用。

6.2 试样消解

称取枸杞样品 0.5g(精确至 0.001g)于微波消解内罐中, 加入 10mL 硝酸, 加盖放置 1h 或过夜, 旋紧罐盖, 按照微波消解仪标准操作步骤进行消解(消解参考条件见表 B.1)。冷却后取出, 缓慢打开罐盖排气, 用少量水冲洗内盖, 将消解罐放在赶酸仪上于 120 °C 加热 120min, 用水定容至 25mL 或 50mL, 混匀备用, 同时做空白试验。

6.3 仪器参考条件

仪器操作条件:

- a) 雾化器流量: 0.91 L/min;
- b) 发生器功率: 1 300 W;
- c) 辅助器流量: 1.20 L/min;
- d) 等离子炬冷却气流量: 17.0 L/min;
- e) 离子透镜电压: 6.00V;
- f) 检测器模拟阶电压: -1 950V。

元素分析选择普通反应池模式。

6.4 标准曲线的制作

将混合标准溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中, 测定待测元素的信号响应值, 以待测元素的浓度为横坐标, 待测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，测定待测元素的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

7 结果计算和表达

试样中的汞含量 X 按式（1）计算，计算结果需将空白值扣除。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X —— 试样中被测物残留量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 - ρ ——试样溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升(μg/L)；
 - ρ_0 ——试样空白液中被测元素质量浓度，单位为微克每升(μg/L)；
 - V ——试样消化液定容体积，单位为毫升(mL)；
 - f ——试样稀释倍数；
 - m ——试样称取质量或移取体积，单位为克(g)；
 - 1000 ——换算系数。
- 计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性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

固体样品以 0.5g 定容体积至 25mL，本方法各元素的检出限和定量限见表 1。

表 1 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限（μg/kg）	定量限（μg/kg）
1	镧	La	0.0021	0.0062
2	铈	Ce	0.0023	0.0069
3	镨	Pr	0.0010	0.0031
4	钕	Nd	0.0088	0.0265
5	钐	Sm	0.0043	0.0129
6	铕	Eu	0.00092	0.0028
7	钆	Gd	0.0058	0.0175
8	铽	Tb	0.0022	0.0066
9	镝	Dy	0.0039	0.0118
10	钬	Ho	0.0081	0.0244
11	铒	Er	0.0037	0.0112
12	铥	Tm	0.0010	0.0029

13	镱	Yb	0.0024	0.0071
14	镥	Lu	0.00085	0.0026
15	铪	Y	0.0030	0.0090
16	铈	Sc	0.00075	0.0022

附录 A
标准溶液系列质量浓度

A.1 ICP-MS方法中元素标准溶液系列质量浓度参见表 A.1

表 A.1 ICP-MS 方法中元素的标准溶液系列质量浓度

序号	元素	单位	标准系列质量浓度					
			系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	La	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
2	Ce	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
3	Pr	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
4	Nd	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
5	Sm	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
6	Eu	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
7	Gd	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
8	Tb	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
9	Dy	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
10	Ho	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
11	Er	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
12	Tm	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
13	Yb	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
14	Lu	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
15	Y	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0
16	Sc	μg/L	0	0.01	0.05	0.1	0.5	1.0

附录 B
仪器参考条件

微波消解仪操作参考条件，见表B.1。

表 B.1 微波消解仪参考条件

消解方式	步骤	控制温度℃	升温时间 min	恒温时间 min
微波消解	1	120	5	10
	2	150	5	20
	3	185	5	30