

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/YCDAY

运城市营养师协会团体标准

T/YCDAY XXXX—2024

晋南地产山楂中铅、镉、砷、汞、铜的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of Pb、Cd、As、Hg、Cu in *Crataegus pinnatifida* Bge.
by ICP-MS

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

运城市营养师协会 发布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂或材料 1

6 检验设备 2

7 样品及试样前处理 2

8 测定方法 3

9 结果计算与表示 3

10 精密度 3

附 录 A （资料性） 推荐的分析物质量与内标物 4

附 录 B （资料性） 微波消解升温程序 5

附 录 C （资料性） 电感耦合等离子体质谱仪参考条件 6

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。

本文件由浮山县综合检验检测中心、翼城县综合检验检测中心、运城市综合检验检测中心、运城市营养师协会提出。

本文件由运城市营养师协会归口。

本文件起草单位：浮山县综合检验检测中心、翼城县综合检验检测中心、运城市综合检验检测中心、临汾金鑫农业发展有限公司、运城市营养师协会。

本文件主要起草人：席少华、姜琴、王小占、曹本男、郭璞、张晓东、李青云、李颖、许卓、辛明彦、朱亚东、任金辉、耿潇、樊梨兵。

晋南地产山楂中铅、镉、砷、汞、铜的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体质谱法测定晋南地产山楂中铅、镉、砷、汞、铜元素的方法。
本文件适用于晋南地产山楂中铅、镉、砷、汞、铜元素的测定。

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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法
《中华人民共和国药典（2020年版）》一部

3 术语和定义

山楂

指产地限于山西省晋南地区的绛县、新绛、侯马、翼城、浮山等区域范围内的为蔷薇科山楂Crataegus pinnatifida Bge.的干燥成熟果实。

4 原理

试样经硝酸和过氧化氢混合酸微波消解，采用电感耦合等离子体质谱仪进行测定，以元素特定质量数（质荷比， m/z ）定性，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。

5 试剂或材料

5.1 通则

本文件所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯化学试剂。实验用水为新制备的去离子水或同等纯度的水。

5.2 硝酸（HNO₃）：优级纯

5.3 过氧化氢（H₂O₂）：优级纯

5.4 硝酸溶液：5+95，用（5.2）配制

5.5 标准溶液

5.5.1 单元素标准溶液

用高纯度的金属（纯度大于99.99%）或金属盐类（基准或高纯试剂）配制成浓度为100~1000 mg/L的标准溶液。亦可购买市售有证标准物质。

5.5.2 单元素标准储备液

分别取单元素标准溶液（5.5.1）适量，用硝酸溶液（5.4）稀释制成单元素标准储备液。亦可购买市售有证标准物质。

5.5.3 内标标准储备液

选用 ^{72}Ge 、 ^{209}Bi 、 ^{135}In 为内标元素,内标元素的选择见附录表A.1。

5.5.4 内标标准使用液

用硝酸溶液（5.4）稀释内标储备液（5.5.3）配制成浓度为1mg/L的内标标准使用液。

5.6 质谱仪调谐溶液

Be浓度为10 $\mu\text{g/L}$ ，Co、Mn浓度为5 $\mu\text{g/L}$ ，Bi、Ce和In浓度为2 $\mu\text{g/L}$ 。

5.7 氩气

纯度不低于99.999%。

5.8 氮气

纯度不低于99.999%。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪。

6.2 微波消解仪。

6.3 天平：感量 0.1 mg、0.01 mg。

6.4 电热鼓风干燥箱。

6.5 国家标准药筛。

6.6 高速粉碎机。

7 样品及试样前处理

7.1 试样的制备

准确称取约0.5 g样品（经60 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的粗粉）于微波消解管中，用少量水润湿，加入6 mL 硝酸和2 mL过氧化氢(如反应剧烈，放置至反应停止)，然后密闭消解罐，放入微波消解仪中（消解程序附录表B.1）。微波消解结束、冷却后转移至50 mL容量瓶中，用水定容至刻度摇匀，即得。

7.2 空白试样的制备

按照与试样的制备（7.1）相同步骤制备空白试样。

8 测定方法

8.1 仪器的参考条件

电感耦合等离子体质谱仪测定条件见附录C.1。

8.2 仪器调谐

点燃等离子体，仪器稳定30 min。使用质谱仪调谐液（5.6）对仪器的灵敏度、氧化物和双电进行调谐，在仪器的灵敏度、氧化物、双电荷满足要求的条件下，调谐溶液中所含元素信号的相对标准偏差 $\leq 5\%$ ，在涵盖待测元素的质量范围内进行质量校正和分辨率校正。

8.3 标准曲线的绘制

精确移取多元素混合标准储备液（5.5.2）适量，用硝酸溶液（5.4）稀释成铅、砷为0、1.0、2.0、5.0、100、20.0μg/L；镉为0、0.20、0.50、2.0、5.0、10 μg/L；铜为0、10.0、20.0、50.0、100、200μg/L的标准系列溶液。汞为0、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0μg/L的标准系列溶液。汞标准溶液临用现配。内标元素标准使用液在样品雾化之前通过蠕动泵自动加入。

用电感耦合等离子体质谱仪测定标准溶液，以标准溶液浓度为横坐标，以样品信号与内标信号的比值为纵坐标。用线性回归分析方法求得其斜率用于样品含量计算。

8.4 测定

试样测定前，先用硝酸溶液（5.4）冲洗,直到信号降至最低，待分析信号稳定后才可开始测定。

试样测定时应加入与绘制标准时相同量的内标元素标准使用溶液。若样品中待测元素的浓度超出校准曲线范围，需用硝酸溶液（5.4）稀释后重新测定。相同条件下测定空白试样。

9 结果计算与表示

山楂中元素含量的质量分数ω，按照公式(1)计算。

$$\omega = \frac{(C-C_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω—样品中金属元素的含量，mg/kg；
 - C—由标准曲线计算所得试样中金属元素的质量浓度，μg/L；
 - C₀—实验室空白试样中对应金属元素的质量浓度，μg/L；
 - m—称取 60℃干燥至恒重的过筛后样品的质量，g；
 - V—消解后试样的定容体积，mL；
 - f—试样的稀释倍数；
- 测定结果用平行测定的平均值表示，计算结果保留 3 位有效数字。

10 精密度

在重复性条件下获得的 3 次独立测定结果的相对标准偏差≤5.0%。

附 录 A
(资料性)
推荐的分析物质量与内标物

本文件推荐的分析物质量与内标物见附录表A. 1。

表 A.1 推荐的分析物质量与内标物

元素	质量数	内标
铅	208	²⁰⁹ Bi
镉	114	¹¹⁵ In
砷	75	⁷² Ge
汞	202	²⁰⁹ Bi
铜	63	⁷² Ge

附 录 B
(资料性)
微波消解升温程序

本文件推荐的微波消解升温程序见附录表B. 1。

表 B.1 微波消解升温程序

步骤	控制温度（℃）	升温时间（min）	恒温时间（min）
1	115	15	5
2	185	10	30

附 录 C

（资料性）

电感耦合等离子体质谱仪参考条件

本文件推荐的电感耦合等离子体质谱仪参考条件见附录表C. 1。

表 C.1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

参数	参数设定
高频功率 (kW)	1.2
辅助气 (L/min)	1.1
碰撞气	He
等离子体气 (L/min)	9
载气 (雾化气) (L/min)	0.7
雾化器	同心雾化器
雾化室温度 (℃)	5
采样锥/截取锥	铜锥/镍锥
碰撞气流速 (mL/min)	6
重复采集次数	3