

团体标准

T/GDNB XXXX—2024

农产品中二氧化钛的测定

Determination of titanium dioxide content in agricultural products

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

广东省农业标准化协会 发布

目 录

前言 II

1 范围 错误！未定义书签。

2 规范性引用文件 错误！未定义书签。

 第一法 电感耦合等离子体质谱法（ICP - MS）

3 原理 错误！未定义书签。

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 错误！未定义书签。

6 分析步骤 2

7 分析结果的表述 3

8 精密度 3

9 其他 3

 第二法 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP - OES）

10 原理 3

11 试剂和材料 3

12 仪器和设备 4

13 分析步骤 4

14 分析结果的表述 4

15 精密度 5

16 其他 5

附录 A（资料性）仪器参考条件 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

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省农业标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市质量安全检验检测研究院、深圳中检联检测有限公司、深圳市通量检测科技有限公司、深圳三方圆检测监管服务有限公司、深圳市高星城市运营有限公司、深圳市绿环源农副产品配送有限公司。

本文件主要起草人：唐淑军、王有成、梁 幸、周春梅、刘 磊、范明志、兰小庆、张 玲、谢冬霞、王耀宇、陈 栋、宋晓仪、陈 怡、简华君、黄佰夫、邹冠平。

农产品中二氧化钛的测定

1 范围

本文件确立了农产品中二氧化钛的电感耦合等离子体质谱和电感耦合等离子体发射光谱测定方法。本文件适用于农产品二氧化钛的测定。

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 分析实验室用水规格和试验方法

第一法 电感耦合等离子体质谱法（ICP - MS）

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，以钛元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与钛元素的浓度成正比进行定量分析。

4 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 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 硫酸（ H_2SO_4 ）：优级纯或更高纯度。

4.2 试剂配制

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

4.3 标准品

钛（Ti）国家标准溶液，浓度为 100 mg/L，采用国家认证并授予标准物质证书的钛标准溶液。

内标钪（Sc）国家标准溶液，浓度为 10 mg/L，采用国家认证并授予标准物质证书的钪标准溶液。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 钛标准中间液（10.0 mg/L）：准确吸取 1.00 mL 浓度为 100 mg/L 的钛国家标准溶液于 10 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（4.2）定容至刻度，混匀。于 0 °C～5 °C 冷藏，有效期 1 个月。

4.4.2 钛标准使用液（1.00 mg/L）：准确吸取 1.00 mL 浓度为 10.0 mg/L 的钛标准中间液于 10 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（4.2）定容至刻度，混匀。于 0 °C～5 °C 冷藏，有效期 1 个月。

4.4.3 内标钪标准使用液（1.00 mg/L）：准确吸取 1.00 mL 浓度为 10.0 mg/L 的钪国家标准溶液于 10 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（4.2）定容至刻度，混匀。于 0 °C～5 °C 冷藏，有效期 1 个月。

4.4.4 钛标准系列工作液:吸取浓度为 1.00 mg/L 的钛标准使用液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 和 50.00 mL, 分别置于 100 mL 容量瓶中, 用硫酸溶液(4.2)定容至刻度, 混匀, 配成浓度为 0 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L 的钛系列标准工作液。临用现配。

4.4.5 内标钪工作液:吸取浓度为 1.00 mg/L 的内标钪标准使用液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用硫酸溶液(4.2)定容至刻度, 混匀, 配成浓度为 100 μg/L 的内标钪标准工作液。临用现配。

注:可根据仪器的灵敏度、样品中二氧化钛的实际含量及不同仪器型号确定标准系列工作液中钛的质量浓度。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

5.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3 微波消解仪。

5.4 赶酸器。

5.5 样品粉碎设备:匀浆机、高速粉碎机。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 固体样品

6.1.1.1 干样

豆类、谷物、菌类、茶叶、干制蔬菜、干制水果等低含水量样品, 取可食部分, 经高速粉碎机粉碎均匀; 对于其他固体样品, 取可食部分, 制备为均匀试样。

6.1.1.2 鲜样

蔬菜、水果、食用菌、水产品等高含水量新鲜样品必要时洗净, 晾干, 取可食部分匀浆均匀; 对于畜禽产品、蛋类等样品取可食部分匀浆均匀。

6.1.2 液体样品

对于生乳等液体样品, 取有代表性的样品混合均匀后, 装入洁净容器内做好标识, 备用。

6.2 试样消解

微波消解法:称取试样 0.2 g~0.5 g(精确至 0.001 g, 含水分较多的样品可适当增加取样量至 1 g)于微波消解罐中, 加 2.5 mL 硝酸和 2.5 mL 硫酸, 合适的微波消解条件进行消解, 微波消解仪操作参考条件见附录 A 表 A.1 升温程序 I。消解结束后, 冷却, 然后在 100 °C 下赶酸 30 min, 冷却至室温, 消解液转移至 50 mL 容量瓶中, 用水少量多次洗涤消解罐, 洗液合并于容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

电感耦合等离子体质谱仪操作参考条件参见附录 A 表 A.2。

6.3.2 标准曲线的绘制

将钛标准系列工作液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中, 测定钛元素和内标元素的信号响应值, 以钛元素的浓度为横坐标, 钛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。

6.3.3 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，测定钛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待测元素的浓度。

7 分析结果的表述

试样中二氧化钛的含量按公式（1）计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times 1.668\,1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —试样中二氧化钛的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c_1 —由标准曲线得到的试样溶液中钛的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
 c_0 —由标准曲线得到的空白溶液中钛的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
 V —试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；
 f —试样溶液的稀释倍数；
 m —试样质量，单位为克（g）；
 1.668 1—1 g 钛相当于 1.668 1 g 二氧化钛；
 计算结果保留 2 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 10%。

9 其他

本文件以称样量 0.5 g，定容至 50 mL 计算，方法检出限 (LOD) 为 0.014 mg/kg，定量限 (LOQ) 为 0.042 mg/kg。

第二法 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP - OES）

10 原理

试样经酸消解后，用电感耦合等离子体发射光谱仪进行分析，采用标准曲线外标法定量。

11 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

11.1 试剂

11.1.1 硝酸（HNO₃）：优级纯或更高纯度。

11.1.2 硫酸（H₂SO₄）：优级纯或更高纯度。

11.2 试剂配制

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

11.3 标准品

钛国家标准溶液，浓度为100 mg/L，采用国家认证并授予标准物质证书的钛标准溶液。

11.4 标准溶液配制

11.4.1 钛标准中间液(10.0 mg/L):准确吸取 1.00 mL 浓度为 100 mg/L 的钛国家标准溶液于 10 mL 容量瓶中，用硫酸溶液(11.2)定容至刻度，混匀。于 0 °C~5 °C 冷藏，有效期 1 个月。

11.4.2 钛标准使用液(1.00 mg/L):准确吸取 1.00 mL 浓度为 10.0 mg/L 的钛标准中间液于 10 mL 容量瓶中，用硫酸溶液(11.2)定容至刻度，混匀。于 0 °C~5 °C 冷藏，有效期 1 个月。

11.4.3 钛标准系列工作液:吸取浓度为 1.00 mg/L 的钛标准使用液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 和 10.00 mL，分别置于 100 mL 容量瓶中，用硫酸溶液(11.2)定容至刻度，混匀，配成浓度为 0 µg/L、5 µg/L、10 µg/L、20 µg/L、30 µg/L、50 µg/L、100 µg/L 的钛系列标准工作液。临用现配。

注：可根据仪器的灵敏度、样品中二氧化钛的实际含量及不同仪器型号确定标准系列工作液中钛的质量浓度。

12 仪器和设备

12.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP - OES）。

12.2 分析天平：感量 0.01 g。

12.3 微波消解仪。

12.4 赶酸器。

12.5 样品粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。

13 分析步骤

13.1 试样制备

同 6.1。

13.2 试样消解

微波消解法：称取试样 0.2 g~0.5 g(精确至 0.001 g)于微波消解罐中，加 2.5 mL 硝酸和 2.5 mL 硫酸，设置合适的微波消解条件进行消解，微波消解仪操作参考条件参见附录 A 表 A.1 升温程序 II。消解结束后，冷却，然后在 100 °C 下赶酸 30 min，取下消解罐自然冷却至室温，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，用水少量多次洗涤消解罐，洗液合并于容量瓶中，用水定容至刻度，混匀、待测。同时做空白实验。

13.3 测定

13.3.1 仪器参考条件

电感耦合等离子体发射光谱仪操作参考条件参见附录 A 中 A.3。

13.3.2 标准曲线的绘制

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳状态，测定钛标准系列工作液的发射光强度。以钛浓度为横坐标，发射光强度为纵坐标，绘制标准曲线。

13.3.3 试样溶液的测定

在与测定标准溶液相同的实验条件下，测定试样溶液和空白溶液的发射光强度。由标准曲线(13.3.2)和试样溶液的发射光强度求得试样溶液和空白溶液中钛的浓度。若试样溶液中钛浓度过高，可适当稀释。

14 分析结果的表述

试样中二氧化钛的含量按公式（1）计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times 1.668\,1 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —试样中二氧化钛的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_1 —由标准曲线得到的试样溶液中钛的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

c_0 —由标准曲线得到的空白溶液中钛的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V —试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

f —试样溶液的稀释倍数；

m —试样质量，单位为克（g）；

1.668 1—1 g 钛相当于 1.668 1 g 二氧化钛。

计算结果保留 2 位有效数字。

15 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 10%。

16 其他

本文件以称样量 0.5 g，定容至 50 mL 计算，方法检出限 (LOD) 为 0.30 mg/kg，定量限 (LOQ) 为 1.0 mg/kg。

附 录 A
(资料性)
仪器参考条件

A.1 微波消解仪操作参考条件

微波消解仪操作参考条件，见表 A.1。

表 A.1 微波消解仪操作参考条件

升温程序	步骤	设定温度/℃	升温时间/min	恒温时间/min
I	1	120	5	5
	2	160	5	10
	3	190	10	25
II	1	120	5	5
	2	160	5	10
	3	190	10	15

A.2 电感耦合等离子体质谱仪操作参考条件

电感耦合等离子体质谱仪操作参考条件，见表 A.2。

表 A.2 电感耦合等离子体质谱仪操作参考条件

参数名称	参数	参数名称	恒温时间/min
射频功率	1 600 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
载气流量	1.0 L/min	采样深度	8 mm
辅助气流量	1.2 L/min	采集模式	跳峰 (Spectrum)
氦气流量	3.5 mL/min	检测方式	自动
雾化室温度	2 ℃	每峰测定点数	3 次
样品提升速率	0.45 r/s	重复次数	3 次

A.3 电感耦合等离子体发射光谱仪操作参考条件

- A.3.1 观测方式：轴向观测。
A.3.2 观测距离：15 mm。
A.3.3 Ti 分析波长：334.940 nm。
A.3.4 功率：1 500 W。
A.3.5 等离子气流量：12 L/min。

- A.3.6 辅助气流量：0.2 L/min。
 - A.3.7 雾化气气体流量：0.7 L/min。
 - A.3.8 提升速率：1.0 mL/min。
 - A.3.9 提升时间：25 s。
 - A.3.10 分析泵速：50 r/min。
-