

团 体 标 准

T/JMZJXH 025—2024

杜阮凉瓜中多种元素的测定方法 微波消解—电感耦合等离子体质谱法

Determination of various elements in “Duruan” balsam pear microwave
digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry

2024 – 12 – 01 发布

2025– 01 – 01 实施

江门市质量检验协会 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。

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。

本文件由广东江门中医药职业学院提出。

本文件由江门市质量检验协会归口。

本文件起草单位：广东江门中医药职业学院、江门市食品检验所（江门市酒类检测中心）、五邑大学、鸿福堂（开平）保健食品有限公司、江门市侨乡汇农农业科技有限公司、江门市宏燊蔬菜专业合作社。

本文件主要起草人：蔡佳梓、郑丽斯、颜立毅、李辰、陈路、彭荣珍、陈妙兰、容锦晴、吴嘉燕、柳玉、黄慧宏、李亮宏。

杜阮凉瓜中多种元素的测定方法

微波消解—电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了杜阮凉瓜中元素的电感耦合等离子体质谱法的测定方法。

本标准适用于杜阮凉瓜中铅(Pb)、砷(As)、汞(Hg)、镉(Cd)、铬(Cr)、铝(Al)、铜(Cu)、铁(Fe)、锰(Mn)、锌(Zn)、硒(Se)、钼(Mo)、镍(Ni)、硼(B)、钡(Ba)、钴(Co)、钛(Ti)、锑(Sb)、锡(Sn)、锶(Sr)、钙(Ca)元素的电感耦合等离子体质谱法的测定。

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/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

3 原理

试样经微波消解后,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与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比定量分析。

4 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用的试剂均为优级纯,水为GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 硝酸(HNO_3): 优级纯或更高纯度。

4.2 硝酸溶液(2%, 体积分数): 量取20mL硝酸,缓慢加入980mL水中,混匀。

4.3 过氧化氢: 浓度30%。

4.4 氩气(Ar): 氩气($\geq 99.995\%$)。

4.5 氦气(He): 氦气($\geq 99.995\%$)。

4.6 各元素的标准储备液(100mg/L): 铅(Pb)、砷(As)、汞(Hg)、镉(Cd)、铬(Cr)、铝(Al)、铜(Cu)、铁(Fe)、锰(Mn)、锌(Zn)、硒(Se)、钼(Mo)、镍(Ni)、硼(B)、钡(Ba)、钴(Co)、钛(Ti)、锑(Sb)、锡(Sn)、锶(Sr)、钙(Ca)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储备液,在标准物质证书有效期内使用。

4.7 内标元素储备液(1000mg/L): 锗(Ge)、铟(In)、钪(Sc)、铋(Bi)采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素内标标准储备液,在标准物质证书有效期内使用。

4.8 混合标准工作溶液: 吸取适量的单元素标准储备液或多元素混合标准溶液储备液,用硝酸溶液(4.2)定容逐级稀释配成混合标准工作溶液,各元素的质量浓度为10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、60.0 $\mu\text{g/L}$ 、

80.0μg/L、100.0μg/L，现配现用。

4.9 内标工作液：吸取适量的内标单元素标准储备液或多元素标准溶液储备液，用硝酸溶液（4.2）定容逐级稀释配成内标工作溶液，质量浓度为 50.0μg/L，现配现用，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）。

5.2 微波消解仪：配有聚四氟乙烯消解内罐。

5.3 分析天平：感量为 0.1mg。

5.4 电热恒温干燥箱。

5.5 试样粉碎设备：粉碎机、匀浆机。

5.6 超纯水机。

5.7 微波消解赶酸器。

6 分析步骤

6.1 试样消解（微波消解法）

将杜阮凉瓜试样外皮清洗干净，晾干水分，取可食部分于粉碎机匀浆均匀。称取匀浆后的试样 1g（精确到 0.001g）于微波消解罐中，加入硝酸（4.1）8mL，过氧化氢（4.3）1mL，加盖放置 1h 以上，旋紧罐盖，按照微波消解仪操作步骤进行消解。微波消解条件参见附录 A。消解完毕，冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，把微波消解罐放置到微波消解赶酸器上，去除残留的硝酸后，用水定容到 100mL 容量瓶中，混匀备用。同时做空白试验。

6.1.1 仪器参考条件

电感耦合等离子体质谱仪操作的参考条件详见附录 B。当仪器真空度达到要求时，按仪器的操作规程，先对进样系统进行优化，再用调谐液调整仪器各项指标，使仪器灵敏度、氧化物及双电荷等各项指标达到测定要求。

6.1.2 标准曲线的绘制

将混合标准工作溶液（4.8）导入电感耦合等离子体质谱仪的雾化系统中，在线加入内标工作液（4.9），按照仪器的工作条件（参考附录 B）测定待测元素与内标元素的信号响应值，以混合标准工作溶液浓度为横坐标，待测元素与内标元素的信号响应值的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。

6.1.3 试样的测定

将空白溶液和消解处理后的试样溶液分别导入仪器的雾化系统，在线加入内标工作液（4.9），测定试样中待测元素与内标元素的信号响应值，根据标准工作曲线计算试样中待测元素的含量。

7 结果计算

试样中待测元素的含量按公式（1）计算：

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

式中：

- X ——试样中待测元素含量，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（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- ρ_0 ——试样空白溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- f ——试样稀释倍数；
- V ——试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；
- m ——试样称取质量，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

试样中各元素含量大于 1mg/kg 时，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%；小于或等于 1mg/kg 且大于 0.1mg/kg 时，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 15%；小于或等于 0.1mg/kg 时，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

试样以 1g 定容体积至 100mL 计算，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）检出限和定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
1	铅	Pb	0.004	0.01
2	砷	As	0.001	0.003
3	汞	Hg	0.001	0.003
4	镉	Cd	0.002	0.007
5	铬	Cr	0.002	0.006
6	铝	Al	0.02	0.07
7	铜	Cu	0.001	0.003
8	铁	Fe	0.3	1.0
9	锰	Mn	0.002	0.005
10	锌	Zn	0.003	0.01
11	硒	Se	0.09	0.3
12	钼	Mo	0.001	0.003
13	镍	Ni	0.001	0.003
14	硼	B	0.01	0.04
15	钡	Ba	0.001	0.003
16	钴	Co	0.001	0.003
17	钛	Ti	0.001	0.003

表 1 （续）

序号	元素名称	元素符号	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
18	锑	Sb	0.001	0.003
19	锡	Sn	0.001	0.003
20	锶	Sr	0.001	0.003
21	钙	Ca	0.002	0.005

附 录 A
(资料性附录)
微波消解条件

表 A. 1 微波消解仪参考消解条件

步骤	控制温度/℃	升温时间/min	恒温时间/min
1	0→130	10	5
2	130→165	10	0
3	165→180	15	15

附 录 B
(资料性附录)
仪器参考条件

表 B. 1 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	参数
射频功率	1550W	采样深度	15 mm
载气流量	0.8 L/min	重复次数	3 次
冷却气流量	14.0 L/min	检测方式	自动