

# 团体标准

T/GYJCXH001-2024

## 食用林产品中铅、铬、镉、铜、镍的测定— 电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法

Determination of lead, chromium, cadmium, copper and  
nickel in edible forest products-inductively coupled plasma mass  
spectrometry (ICP-MS)

(发布稿)

2024-12-09 发布

2024-12-09 实施

贵阳市检验检测与认证行业协会 发布

## 目 次

1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 试剂 .....	2
6 仪器设备 .....	2
7 分析步骤 .....	3
8 结果计算与表示 .....	4
9 精密度 .....	5
11 废物处理 .....	5
附录 A .....	6
A.1 电感耦合等离子体质谱仪操作参考条件 .....	6
A.2 待测元素推荐选择的同位素 .....	6
A.3 微波消解仪参考条件 .....	7



## 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这些专利的责任。

本文件由贵州师范大学和贵州省林业科学研究院联合提出。

本文件由贵阳市检验检测与认证行业协会归口。

本文件起草单位：贵州师范大学、贵州省林业科学研究院。

本文件主要起草人：秦樊鑫、姬宁、黄安香、李丹、王忠伟、杨守禄、洪鲲、龚记熠、张宇斌、李欲轲、姜文鹏、张春艺、王涛、曾雪、邹柳松。

本文为首次发布。

# 食用林产品中铅、铬、镉、铜、镍的测定— 电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法

## 1 范围

本文件规定了食用林产品中铅、铬、镉、铜、镍测定的方法原理、试剂、仪器设备、分析步骤、结果计算与表示、精密度、质量控制、废物处理。

本文件适用于食用林产品中的铅、铬、镉、铜、镍的测定。本方法当取样量为 0.5 g 时，定容体积为 50 mL 时。铅、铬、镉、铜、镍的检测限分别为 0.02 mg/kg、0.02 mg/kg、0.002 mg/kg、0.05 mg/kg、0.02 mg/kg，定量限分别为 0.08 mg/kg、0.08 mg/kg、0.008 mg/kg、0.2 mg/kg、0.08 mg/kg。

## 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 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 食用林产品

在林业活动中依托于森林、林木、林地生产以及经过初级加工，可供食用的植物、微生物等产品。

## 4 方法原理

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。

## 5 试剂

5.1 硝酸(HNO<sub>3</sub>)：优级纯或更高纯度。

5.2 过氧化氢(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)：优级纯或更高纯度。

5.3 氩气(Ar)：氩气(≥99.99%)或液氩。

5.4 氦气(He)：氦气(≥99.99%)。

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

5.6 元素贮备液(1000 mg/L 或 100 mg/L)：铅、铬、镉、铜、镍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。

5.7 铊内标元素贮备液(1000 mg/L 或 100 mg/L)：采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准贮备液。

5.8 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，各元素质量浓度推荐见表 1：

表 1 各元素校准曲线浓度推荐

元素	浓度点 1(μg/L)	浓度点 2(μg/L)	浓度点 3(μg/L)	浓度点 4(μg/L)	浓度点 5(μg/L)	浓度点 6(μg/L)
铅	0	1.00	5.00	10.0	20.0	50.0
铬	0	1.00	5.00	10.0	20.0	50.0
镉	0	0.100	0.500	1.00	5.00	10.0
镍	0	1.00	5.00	10.0	20.0	50.0
铜	0	10.0	20.0	50.0	100	250

5.9 内标使用液：取适量内标单元素贮备液(5.7)，用硝酸溶液(5+95) 配制 25-50 μg/L 的内标使用液。

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

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

- 6.2 天平：感量为 1 mg。
- 6.3 微波消解仪：配有聚四氟乙烯消解内罐。
- 6.4 压力消解器：配有聚四氟乙烯消解内罐。
- 6.5 控温电热板。
- 6.6 超声水浴箱。
- 6.7 样品粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。
- 6.8 恒温干燥箱。

## 7 分析步骤

### 7.1 试样制备

#### 7.1.1 干样

低含水量样品，取可食部分，经高速粉碎机粉碎均匀。

#### 7.1.2 鲜样

高含水量样品洗净，晾干，取可食部分匀浆均匀。

### 7.2.1 微波消解法

按照 GB 5009.268 中 5.2.1 的规定进行。

注：可根据试样中待测元素的含量水平和检测水平要求选择相应的称样量和定容体积。

### 7.2.2 压力罐消解法

按 GB 5009.268 中 5.2.2 进行。

### 7.3 仪器参考条件

7.3.1 仪器操作条件：仪器操作条件见表 A.1。

7.3.2 测定参考条件：在调谐仪器达到测定要求后，编辑测定方法，待测元素和内标元素的质荷比见表 A.2。

### 7.4 校准曲线的制作

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。

### 7.5 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待测元素的浓度。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 低含量待测元素的计算

试样中低含量待测元素的含量按式(1)计算：

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

式中：

$X$  —— 试样中待测元素含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

$\rho$  —— 试样溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升 ( $\mu\text{g/L}$ )；

$\rho_0$  —— 试样空白液中被测元素质量浓度，单位为微克每升 ( $\mu\text{g/L}$ )；

$V$  —— 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，单位为克 (g)；

1 000 —— 换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

### 8.2 高含量待测元素的计算

试样中高含量待测元素的含量按式(2)计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \quad (2)$$

式中：

$X$  —— 试样中待测元素含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

$\rho$  —— 试样溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升 (mg/L)；

$\rho_0$  —— 试样空白液中被测元素质量浓度，单位为微克每升 (mg/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，单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 9 精密度

### 9.1 精密度

样品中各元素含量大于 1 mg/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数平均值的 10%；小于或等于 1 mg/kg 且大于 0.1 mg/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数平均值的 15%；小于或等于 0.1 mg/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数平均值的 20%。

## 10 质量控制

10.1 每批次样品应至少做两个空白试样，空白试样的测定值应低于方法检出限。

10.2 每次分析应建立校准曲线，曲线的相关性系数应不小于 0.999，且每分析 20 个样品后应进行校准曲线中间浓度点测定，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于 10%，否则应查找原因或重新建立校准曲线。

10.3 每次分析时，内标元素响应应位于校准曲线响应值的 70%~130%，否则说明仪器发生了漂移或者有干扰产生。若是基体干扰，可采取稀释样品后测定。若是待测液中含有内标元素，可更换其他内标元素或提高内标元素浓度予以排除。

10.4 每次分析时应同时测定相应的国家统一标准物质，结果应在保证值内。若无合适的标准物质，可采用样品加标的方式进行代替，其回收率范围应在 80%~120%。

10.5 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。

## 11 废物处理

实验过程中产生的废液及废物，应分类妥善保管，委托有资质的单位进行处理。

## 附录 A

## A.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	1500W	雾化器	高盐/同心雾化器
等离子体气流量	15L/min	采样锥/截取锥	镍锥
载气流量	0.8L/min	采样深度	8nm~10nm
辅助气流量	0.4L/min	测定模式	碰撞反应池
氦气流量	4L/min~5L/min	检测方式	自动
雾化室温度	2℃	每峰测定点数	3
样品提升速率	0.3r/s	重复次数	3

## A.2 待测元素推荐选择的同位素

参序号	元素	质荷比
1	Cr	52/53
2	Ni	60
3	Cu	63/65
4	Cd	111
5	Pb	206/207/208

## A.3 微波消解仪参考条件

步骤	功率	升温时间 / min	控制温度 / °C	保持时间 / min
1	1200W	5	120	6
2	1200W	5	160	6
3	1200W	5	190	20



贵阳市检验检测与认证行业协会



贵阳市检验检测与认证行业协会