

# T/GARIRPA

## 广西农业农村产业振兴促进会团体标准

T/GARIRPA XXXX—2025

### 香精香料 重金属的测定 超级微波消解-ICP/MS 法

Determination of heavy metals in flavors and fragrances by single reaction chamber(SRC) microwave digestion ICP/MS method

(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。

2025 - XX - XX 发布

2025 - XX - XX 实施

广西农业农村产业振兴促进会 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。

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。

本文件由玉林市检验检测研究院提出。

本文件由广西农业农村产业振兴促进会归口。

本文件起草单位：玉林市检验检测研究院、广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西-东盟食品检验检测中心、广东省疾病预防控制中心、中山大学分析测试中心、广东博澳科学仪器有限公司、广西壮族自治区生态环境监测中心、广西壮族自治区疾病预防控制中心、广西壮族自治区分析测试研究中心、贵港市公共检验检测中心、广西众诺腾飞实验室设备有限公司、广西南宁信雄科技服务有限公司。

本文件主要起草人：

# 香精香料 重金属的测定

## 超级微波消解-ICP/MS 法

### 1 范围

本文件规定了香精香料中重金属（铅、砷、镉、铬、镍、铜、锌）含量测定的超级微波消解-电感耦合等离子体质谱（ICP/MS）法。

本文件适用于天然香精香料、合成香精、食用香精、化妆品用香精、日化产品用香精等各类香精香料中上述重金属元素的测定。

### 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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14454.1 香料 试样制备

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

##### 超级微波消解及其技术特点

超级微波消解也称为预充压式单反应器微波消解（single reaction chamber (SRC) microwave digestion）。它是将样品管置于盛有一定体积的稀酸或水的反应腔内，加盖密封，并于腔体内充入一定压力的惰性气体（通常为氮气）；随后，按照所设定的升温程序，启动微波加热至所需温度（max. 300 °C）或压力（max. 20 MPa），从而实现样品的快速和高效消解，其具体工作过程如图1所示。

该技术具有多样品处理均匀性好、样品无需“预”处理、试剂用量少、温度和压力可准确监控、操作方便、成本低廉、安全性高、易于自动化等诸多优点。

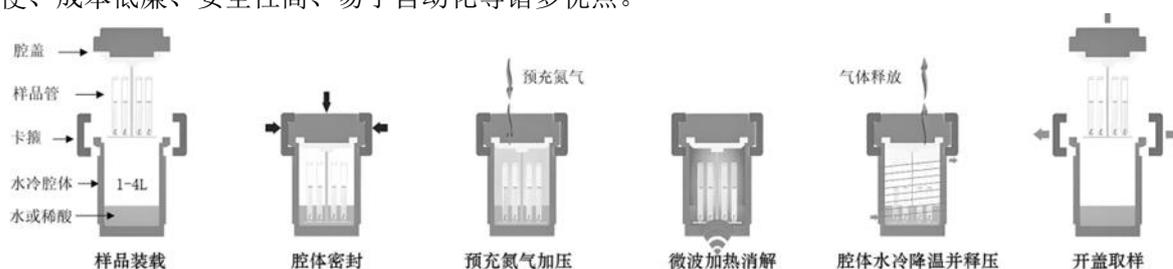


图1 超级微波消解的工作过程

### 4 方法原理

在超级微波消解系统的高温高压条件下，试样与硝酸和过氧化氢等发生化学反应，将样品有机基质分解，并将试样和待测重金属完全消解为可溶性液体。该消解液经稀释定容后，采用电感耦合等离子体质谱仪（ICP/MS）进行重金属的定性定量测定。以元素特定质量数（质荷比， $m/z$ ）进行定性分析，以待测元素和内标元素质谱信号的强度比与待测元素浓度的正比关系（内标法）进行定量分析。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯或更高纯度，实验用水为GB/T 6682规定的一级水。

### 5.1 试剂

5.1.1 硝酸（ $\text{HNO}_3$ ）： $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ 。

5.1.2 过氧化氢（ $\text{H}_2\text{O}_2$ ）：30 %。

5.1.3 氢氟酸（HF）。

5.1.4 微波吸收液：5%稀硝酸或者纯水。

5.1.5 氩气：纯度 $\geq 99.999 \%$ 。

5.1.6 氦气：纯度 $\geq 99.999 \%$ 。

5.1.7 氮气：纯度 $\geq 99 \%$ ，压力 $\geq 5 \text{ MPa}$ 。

### 5.2 试剂配制

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

### 5.3 标准溶液

5.3.1 单元素或多元素标准储备液（1000 mg/L）：铅、砷、镉、铬、镍、铜、锌，购买经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准贮备液。

5.3.2 单元素内标标准储备液（1000 mg/L）：推荐使用 Sc、Ge、Rh、In、Lu、Bi 等单元素标准贮备液，也可选用多元素混合标准内标贮备液。

### 5.4 标准溶液的配制

5.4.1 混合标准中间液：准确移取各单元素标准储备液（5.2.1）适量，用硝酸溶液（5.1.4）稀释制成混合标准中间液，其中铅、砷、铬、镍、铜、锌浓度为  $10 \mu\text{g/mL}$ ，镉浓度为  $1 \mu\text{g/mL}$ 。

5.4.2 混合内标使用液：用硝酸溶液（5.2.1）将单元素内标标准储备液（5.3.2）稀释至浓度为  $100 \mu\text{g/L}$  的混合内标溶液。

## 6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP/MS）。

6.2 超级微波消解仪。

6.3 分析天平：感量  $0.1 \text{ mg}$  和  $0.01 \text{ g}$ 。

6.4 试样粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机等。

6.5 超声水浴锅。

## 7 样品

### 7.1 样品采集

按照GB/T 14454.1的规定进行样品采集，确保样品具有代表性。液体香精香料采用干净的棕色玻璃瓶采样，固体或膏状香精采用聚四氟乙烯或不锈钢采样勺采集，每份样品量不少于200 g。

### 7.2 样品保存

采集后的样品应密封，标注样品名称、批号、采集日期、采样人等信息。液体香精香料在  $0 \text{ }^\circ\text{C} \sim 4 \text{ }^\circ\text{C}$  冷藏保存，固体香精香料在阴凉干燥处保存，保存期限不超过7 d。

### 7.3 样品制备

#### 7.3.1 液体香精香料

摇匀后直接取样；若出现分层或沉淀，应在  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  以下水浴加热至澄清，摇匀后冷却至室温再取样。

### 7.3.2 膏状及固体香精香料

将样品置于洁净的研钵中初步研磨，再用样品粉碎设备粉碎至全部通过0.15 mm（100目）筛，充分混匀后装入洁净的样品瓶中备用。

## 8 分析步骤

### 8.1 试样的消解

8.1.1 准确称取均匀试样 0.2 g~0.5 g（精确至 0.1 mg），或准确吸取液体香精 1.00 mL~2.00 mL 于洁净、体积通常为 12 mL~15 mL 样品管并置于样品管架上（样品管、管盖和管架均为超级微波消解仪的附带配件，样品管应为 PTFE 材质），记录样品编号和管架定位编号。然后于各样品中加入 2.0 mL~5.0 mL 硝酸（5.1.1）；当样品含硅质基质，可适当补加约 1 mL 氢氟酸（5.1.3）。

8.1.2 将上述样品管盖上管盖，再将消解管架放入带有聚四氟乙烯（PTFE）内衬桶内的微波反应腔内（内衬桶内需事先加入一定体积的水或 5%稀硝酸作为微波吸收载液，载液种类、体积，以及补充或更换方式由所用消解仪的要求来确定）。按照超级微波消解仪的相关操作指引，设定氮气预充压力、升温程序、降温和泄压等参数，再开启微波，直到完成全部消解过程（仪器具体操作可参考相应的《仪器使用说明书》，具体消解条件可参考附录 A 表 A.1）。微波消解过程结束后，应保证腔内温度和压力分别降至 80 °C 和 1 个大气压以下时，方可依次打开超级微波消解仪的腔盖锁和密封盖，并取出样品管架或内衬桶。

8.1.3 待样品管冷却至室温后，将各样品管中的消解液转移至 25 mL 或 50 mL 容量瓶中，用少量水洗涤管盖和样品管，合并洗涤液于容量瓶中，以水定容至刻度，混匀，待测。以上消解过程需同时进行试剂空白试验。

### 8.2 仪器参考条件

根据各自仪器性能设定最优参数，参考条件见附录 A 表 A.2。

### 8.3 标准曲线的制作

8.3.1 根据仪器灵敏度和样品含量范围，用硝酸溶液（5.2.1）将混合标准中间液（5.4.1）逐级稀释，配制至少 5 个不同浓度点的混合标准工作液，其中镉的浓度范围为 0.1 μg/L~50.0 μg/L，铅、砷、铬、镍、铜、锌的浓度范围为 1.00 μg/L~500 μg/L。

8.3.2 在仪器工作条件下，将标准系列溶液由低到高依次进样，同时在线加入混合内标溶液（5.2.4），使内标元素在测定溶液中的浓度为 10 μg/L。以各目标元素的浓度为横坐标，以目标元素与对应内标元素的信号强度比为纵坐标，绘制标准曲线。

### 8.4 试样溶液的测定

在相同的仪器条件下，将空白和试样溶液分别引入电感耦合等离子体质谱仪中，根据待测元素的信号响应值，由标准曲线计算其浓度。若试样溶液中待测元素浓度超出标准曲线范围，应适当稀释后重新测定。测定过程中，应同时在线引入内标溶液，以校正基体效应和信号漂移。

## 9 分析结果的表述

### 9.1 计算

试样中待测元素的含量按公式（1）计算：

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

式中：

X——试样中待测元素的含量，单位为 mg/kg；

ρ——从标准曲线上查得的试样溶液中待测元素的质量浓度，单位为 μg/L；

$\rho_0$ ——从标准曲线上查得的试剂空白液中待测元素的质量浓度，单位为  $\mu\text{g/L}$ ；

$V$ ——试样消解液的定容体积，单位为  $\text{mL}$ ；

$f$ ——试样稀释倍数；

$m$ ——试样称取质量（或移取体积对应的质量，液体样品密度按  $1\text{ g/mL}$  计），单位为  $\text{g}$ ；

1000——换算系数。

## 9.2 结果表示

平行试验结果以算术平均值表示，当重金属含量 $\leq 1.0\text{ mg/kg}$ 时，结果保留两位有效数字；含量 $> 1.0\text{ mg/kg}$ 时，结果保留三位有效数字。

## 10 精密度

在同一实验室，由同一操作人员使用相同仪器，在相同条件下，对同一均匀样品进行连续两次测定，两次测定结果的绝对差值应不大于算术平均值的10 %。

## 11 质量控制

11.1 每批样品应至少做 2 个试剂空白试验，空白值应低于方法定量限。

11.2 标准曲线的线性相关系数应 $\geq 0.999$ 。

11.3 每分析 20 个样品或每批次样品应测定一次标准曲线中间浓度点，其测定值与标准值的相对偏差应在 $\leq 10\%$ 以内。

11.4 样品测定时应同步分析有证标准物质，其测定值应在证书给定的不确定度范围内。

11.5 每批样品中随机抽取 10 %的样品进行平行测定，平行样相对偏差应符合精密度要求，否则需重新测定。

## 附录 A

(资料性)

## 超级微波消解和电感耦合等离子体质谱仪 (ICP/MS) 仪器参考工作条件

A.1 超级微波消解仪参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 超级微波消解仪参考条件

编号	具体步骤	消解参数或条件		
1	预充氮气压力 (MPa)	4.0		
2	微波加热程序	设定温度 (°C)	升温时间/min	恒温时间/min
		90	10	5
		150	10	5
		185	10	5
		220 (食用油250)	10	10
80	--	--		
3	压力值 (腔盖开启前)	略低于1个大气压		

注：外腔体保护温度，90 °C；反应腔压力保护，20 MPa (200 bar)。仪器已设定，超过保护值即自动报警并停机。

A.2 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP/MS) 参考工作条件见表 A.2。

表 A.2 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP/MS) 仪器参考工作条件

参数名称	参数	参数名称	参数
射频功率	1200 W~1600 W	雾化器	高盐/同心雾化器
等离子体气流量	15 L/min	采样锥/截取锥	镍/铂锥
载气流量	0.80 L/min	采样深度	8 mm~10 mm
辅助气流量	0.40 L/min	采样模式	跳峰 (Spectrum)
氦气流量	4 mL/min~5 mL/min	检测方式	自动
雾化室温度	2 °C	每峰测定点数	1~3
样品提升速率	0.1 r/s~0.3 r/s	重复次数	2~3