

ICS 71.040
X 04
备案号: 36356-2013

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1531—2011

人参中铜、铅、镉的测定 电感耦合等离子 体质谱法

Determination of copper, lead and cadmium in ginsengs—
inductively coupled plasma -mass spectrometry

2012 - 04 - 01 发布

2012 - 05 - 01 实施

吉林省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由吉林省工信厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省现代检测技术工程研究中心。

本标准起草人：葛晓慧、丁兰、王旭、宋薇、周丽、陈雷。

人参中铜、铅、镉的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了人参中铜、铅、镉的电感耦合等离子体质谱测定方法。

本标准适用于人参中铜、铅、镉的测定。

本标准的检出限：铜：0.000 4 mg/kg，铅：0.000 1 mg/kg，镉：0.000 1 mg/kg。

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，仅所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制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样在高压消解罐中进行微波消解，冷却后用水定容，试样消化液经过气动雾化器以气溶胶的形式进入氩气为基质的高温射频等离子体中，使待测元素去除溶剂、原子化和离子化。由能量转移过程产生的离子经过采样锥进入真空系统中，用四极或磁扇形质谱计依据质荷比进行分离。经过质谱计的离子用电子倍增管计数，所产生的信号由计算机处理。采用内标元素校正和干扰校正方程校正消除干扰，外标法进行定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，仅使用分析纯以上试剂，水为去离子（符合GB/T 6682规定的一级水要求）。

4.1 硝酸：优级纯。

4.2 过氧化氢：优级纯。

4.3 硝酸溶液（5+95）。

4.4 铜、镉、铅标准储备液（1 mg/mL）：配制按 GB/T 602 方法进行，或直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标液。

4.5 铜、镉、铅标准使用液：分别精确吸取铜、镉、铅的标准储备液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，分别用硝酸（4.3）定容配制成 10 mg/L 的标准使用液，储备于聚酯塑料瓶中保存。临用前，用硝酸（4.3）将铅标准使用液稀释到 1 mg/L，镉的标准使用液稀释到 0.1 mg/L，供配制校准用标准溶液使用。

4.6 钐、铟、铋内标储备液（1 mg/mL）：配制按 GB/T 602 方法进行，或直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标液。

4.7 钐、铟、铋混合使用液（10 mg/L）：分别准确移取钐、铟、铋的内标储备溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸（4.3）稀释配制成浓度为 10 mg/L 的内标混合溶液，储备于聚酯塑料瓶中保存。

4.8 氩气：纯度≥99.99%。

5 仪器

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪。
- 5.2 微波消解装置，配有高压消解罐。
- 5.3 天平：感量 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样制备与保存

鲜参样品于70℃烘箱烘去水分至恒重后磨碎，生晒参样品去杂后磨碎，过20目筛，筛下部分储于洁净容器中，保存备用。

注：在采样和制备过程中，应避免试样污染。

6.2 试样前处理

称取约0.5 g（精确到0.000 1 g）规定试样于聚四氟乙烯消解罐内，加入0.1 mL内标混合液（4.7）、5 mL硝酸（4.1）浸泡过夜，再加过氧化氢（4.2）2 mL，盖好安全阀后，将消解罐放入微波炉消解装置中。按仪器操作规程设定温度、压力，消化至消化液呈无色或淡黄色（微波消解装置工作条件参见附录A表A.1），将消解液转移至50 mL容量瓶，用水定容至刻度；同时做试剂空白。

6.3 测定

6.3.1 根据使用仪器的类型及待测元素，进行仪器调谐，选择仪器的最佳工作条件。铜、镉、铅的测定同位素选择⁷⁵As、¹¹¹Cd、²⁰⁸Pb。以⁴⁵钪、¹¹⁵铟、²⁰⁹铋为内标分别校正铜、镉、铅。待仪器稳定后依次测定标准空白溶液、标准系列、样品空白溶液、样品溶液。

6.3.2 各元素标准系列浓度见表1。

准确移取铜、镉、铅标准使用液于100 mL容量瓶中，加入0.2 mL内标混合液（4.7），用硝酸溶液（4.3）稀释，按照下表浓度配制校准用标准溶液。

表1 各元素标准系列浓度

元素	S ₁ μg/L	S ₂ μg/L	S ₃ μg/L	S ₄ μg/L
Cu	10.00	20.00	50.00	100.00
Cd	0.20	0.40	1.00	2.00
Pb	2.00	4.00	10.00	20.00

6.3.3 电感耦合等离子体质谱仪工作条件参见附录A表A.2。

7 结果计算

样品中测定元素的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中测定元素的含量,单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$);

c_1 ——试样中测定元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

c_2 ——样品空白液中测定元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——试样液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

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%。

附 录 A
(资料性附录)

微波消解装置及电感耦合等离子体质谱仪工作条件

表A.1 微波消解装置工作条件

步骤	1	2	3
工步温度 ℃	120	150	180
升温速率 ℃/min	8	8	8
保持时间 min	3	3	5
保护压力 KPa	2000	2000	2000

表A.2 电感耦合等离子体质谱仪工作条件

项目	工作参数	项目	工作参数
RF 发射功率	1300 W	采样模式	全定量
雾化器	高盐	扫描方式	跳峰
雾化室温度	2 ℃	每点停留时间	0.1 sec~0.5 sec
炬管	2.5 mm 中心通道	测量点/峰	3
采样锥/截取锥	1.0/0.4 mmNi 锥	重复次数	3
蠕动泵转速	0.1 rps	元素积分时间	0.3 sec~1.5 sec
分析室真空度	2×10^{-4}	质谱计数模式	脉冲/模拟(P/A)
冷却气氩气流速	12 L/min	质量分辨率	0.65 amu~0.8 amu
载气氩气流速	1.15 L/min	氧化物	<0.5%
采样深度	8.9 mm	双电荷	<2%