



中华人民共和国国家标准

GB 5009.268—2016

食品安全国家标准 食品中多元素的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 5413.21—2010《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定》的第二法、GB/T 23545—2009《白酒中锰的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、GB/T 23374—2009《食品中铝的测定 电感耦合等离子体质谱法》、GB/T 18932.11—2002《蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法》、SN/T 0856—2011《进出口罐头食品中锡的检测方法》的第二法、SN/T 2208—2008《水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、镉、钼、镧、汞、硒的测定 微波消解-电感耦合等离子体-质谱法》、SN/T 2056—2008《进出口茶叶中铅、砷、镉、铜、铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、SN/T 2049—2008《进出口食品级磷酸中铜、镍、铅、锰、镉、钛的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、SN/T 2207—2008《进出口食品添加剂 DL-酒石酸中砷、钙、铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、NY/T 1653—2008《蔬菜、水果及制品中矿质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》。

本标准与 GB 5413.21—2010 的第二法相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中多元素的测定”;
- 增加了电感耦合等离子体质谱法作为第一法;
- 修改电感耦合等离子体发射光谱法作为第二法;
- 修改了适用范围;
- 修改了试样制备部分内容;
- 修改了试样消解部分内容;
- 增加了方法检出限及定量限。

食品安全国家标准

食品中多元素的测定

1 范围

本标准规定了食品中多元素测定的电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)和电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)。

第一法适用于食品中硼、钠、镁、铝、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、硒、锶、钼、镉、锡、锑、钡、汞、铊、铅的测定;第二法适用于食品中铝、硼、钡、钙、铜、铁、钾、镁、锰、钠、镍、磷、锶、钛、钒、锌的测定。

第一法 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)

2 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。

3 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。

3.1 试剂

3.1.1 硝酸(HNO_3):优级纯或更高纯度。

3.1.2 氩气(Ar):氩气($\geq 99.995\%$)或液氩。

3.1.3 氦气(He):氦气($\geq 99.995\%$)。

3.1.4 金元素(Au)溶液(1 000 mg/L)。

3.2 试剂配制

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

3.2.2 汞标准稳定剂:取 2 mL 金元素(Au)溶液,用硝酸溶液(5+95)稀释至 1 000 mL,用于汞标准溶液的配制。

注:汞标准稳定剂亦可采用 2 g/L 半胱氨酸盐酸盐+硝酸(5+95)混合溶液,或其他等效稳定剂。

3.3 标准品

3.3.1 元素贮备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L):铅、镉、砷、汞、硒、铬、锡、铜、铁、锰、锌、镍、铝、锑、钾、钠、钙、镁、硼、钡、锶、钼、铊、钛、钒和钴,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。

3.3.2 内标元素贮备液(1 000 mg/L):钐、锕、铀、铯、镱、铷等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贮备液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 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,各元素质量浓度见表 A.1。

注:依据样品消解溶液中元素质量浓度水平,适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

3.4.2 汞标准工作溶液:取适量汞贮备液,用汞标准稳定剂逐级稀释配成标准工作溶液系列,浓度范围见表 A.1。

3.4.3 内标使用液:取适量内标单元素贮备液或内标多元素标准贮备液,用硝酸溶液(5+95)配制合适浓度的内标使用液,内标使用液浓度见 A.2。

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。

4 仪器和设备

4.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

4.2 天平:感量为 0.1 mg 和 1 mg。

4.3 微波消解仪:配有聚四氟乙烯消解内罐。

4.4 压力消解罐:配有聚四氟乙烯消解内罐。

4.5 恒温干燥箱。

4.6 控温电热板。

4.7 超声水浴箱。

4.8 样品粉碎设备:匀浆机、高速粉碎机。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 固态样品

5.1.1.1 干样

豆类、谷物、菌类、茶叶、干制水果、焙烤食品等低含水量样品,取可食部分,必要时经高速粉碎机粉碎均匀;对于固体乳制品、蛋白粉、面粉等呈均匀状的粉状样品,摇匀。

5.1.1.2 鲜样

蔬菜、水果、水产品等高含水量样品必要时洗净,晾干,取可食部分匀浆均匀;对于肉类、蛋类等样品取可食部分匀浆均匀。

5.1.1.3 速冻及罐头食品

经解冻的速冻食品及罐头样品,取可食部分匀浆均匀。

5.1.2 液态样品

软饮料、调味品等样品摇匀。

5.1.3 半固态样品

搅拌均匀。

5.2 试样消解

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消解方法及消解容器。

5.2.1 微波消解法

称取固体样品 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)或准确移取液体试样 1.00 mL~3.00 mL 于微波消解内罐中,含乙醇或二氧化碳的样品先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳,加入 5 mL~10 mL 硝酸,加盖放置 1 h 或过夜,旋紧罐盖,按照微波消解仪标准操作步骤进行消解(消解参考条件见表 B.1)。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在控温电热板上或超声水浴箱中,于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀备用,同时做空白试验。

5.2.2 压力罐消解法

称取固体干样 0.2 g~1 g(精确至 0.001 g,含水分较多的样品可适当增加取样量至 2 g)或准确移取液体试样 1.00 mL~5.00 mL 于消解内罐中,含乙醇或二氧化碳的样品先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳,加入 5 mL 硝酸,放置 1 h 或过夜,旋紧不锈钢外套,放入恒温干燥箱消解(消解参考条件见表 B.1),于 150 °C~170 °C 消解 4 h,冷却后,缓慢旋松不锈钢外套,将消解内罐取出,在控温电热板上或超声水浴箱中,于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀备用,同时做空白试验。

5.3 仪器参考条件

5.3.1 仪器操作条件:仪器操作条件见表 B.2;元素分析模式见表 B.3。

注:对没有合适消除干扰模式的仪器,需采用干扰校正方程对测定结果进行校正,铅、镉、砷、钼、硒、钒等元素干扰校正方程见表 B.4。

5.3.2 测定参考条件:在调谐仪器达到测定要求后,编辑测定方法,根据待测元素的性质选择相应的内标元素,待测元素和内标元素的 m/z 见表 B.5。

5.4 标准曲线的制作

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。

5.5 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。

6 分析结果的表述

6.1 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:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中待测元素含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

- 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 ——试样称取质量或移取体积,单位为克或毫升(g 或 mL);
- 1 000 ——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

6.2 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:

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

式中:

- X ——试样中待测元素含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);
- ρ ——试样溶液中被测元素质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——试样空白液中被测元素质量浓度,单位为毫克每升(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 ——试样称取质量或移取体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留三位有效数字。

7 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术平均值的 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术平均值的 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术平均值的 20%。

8 其他

固体样品以 0.5 g 定容体积至 50 mL,液体样品以 2 mL 定容体积至 50 mL 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)检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限 1 mg/kg	检出限 2 mg/L	定量限 1 mg/kg	定量限 2 mg/L
1	硼	B	0.1	0.03	0.3	0.1
2	钠	Na	1	0.3	3	1
3	镁	Mg	1	0.3	3	1
4	铝	Al	0.5	0.2	2	0.5
5	钾	K	1	0.3	3	1
6	钙	Ca	1	0.3	3	1

表 1 (续)

序号	元素名称	元素符号	检出限 1 mg/kg	检出限 2 mg/L	定量限 1 mg/kg	定量限 2 mg/L
7	钛	Ti	0.02	0.005	0.05	0.02
8	钒	V	0.002	0.000 5	0.005	0.002
9	铬	Cr	0.05	0.02	0.2	0.05
10	锰	Mn	0.1	0.03	0.3	0.1
11	铁	Fe	1	0.3	3	1
12	钴	Co	0.001	0.000 3	0.003	0.001
13	镍	Ni	0.2	0.05	0.5	0.2
14	铜	Cu	0.05	0.02	0.2	0.05
15	锌	Zn	0.5	0.2	2	0.5
16	砷	As	0.002	0.000 5	0.005	0.002
17	硒	Se	0.01	0.003	0.03	0.01
18	锶	Sr	0.2	0.05	0.5	0.2
19	钼	Mo	0.01	0.003	0.03	0.01
20	镉	Cd	0.002	0.000 5	0.005	0.002
21	锡	Sn	0.01	0.003	0.03	0.01
22	锑	Sb	0.01	0.003	0.03	0.01
23	钡	Ba	0.02	0.05	0.5	0.02
24	汞	Hg	0.001	0.000 3	0.003	0.001
25	铊	Tl	0.000 1	0.000 03	0.000 3	0.000 1
26	铅	Pb	0.02	0.005	0.05	0.02

第二法 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)

9 原理

样品消解后,由电感耦合等离子体发射光谱仪测定,以元素的特征谱线波长定性;待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

10 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。

10.1 试剂

10.1.1 硝酸(HNO₃):优级纯或更高纯度。

10.1.2 高氯酸(HClO₄):优级纯或更高纯度。

10.1.3 氩气(Ar):氩气($\geq 99.995\%$)或液氩。

10.2 试剂配制

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

10.2.2 硝酸-高氯酸(10+1):取 10 mL 高氯酸,缓慢加入 100 mL 硝酸中,混匀。

10.3 标准品

10.3.1 元素贮备液(1 000 mg/L 或 10 000 mg/L):钾、钠、钙、镁、铁、锰、镍、铜、锌、磷、硼、钡、铝、锶、钒和钛,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。

10.3.2 标准溶液配制:精确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溶液系列,各元素质量浓度见表 A.2。

注:依据样品溶液中元素质量浓度水平,可适当调整标准系列各元素质量浓度范围。

11 仪器和设备

11.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

11.2 天平:感量为 0.1 mg 和 1 mg。

11.3 微波消解仪:配有聚四氟乙烯消解内罐。

11.4 压力消解器:配有聚四氟乙烯消解内罐。

11.5 恒温干燥箱。

11.6 可调式控温电热板。

11.7 马弗炉。

11.8 可调式控温电热炉。

11.9 样品粉碎设备:匀浆机、高速粉碎机。

12 分析步骤

12.1 试样制备

同 5.1。

12.2 试样消解

注:可根据试样中目标元素的含量水平和检测水平要求选择相应的消解方法及消解容器。

12.2.1 微波消解法

同 5.2.1。

12.2.2 压力罐消解法

同 5.2.2。

12.2.3 湿式消解法

准确称取 0.5 g~5 g(精确至 0.001 g)或准确移取 2.00 mL~10.0 mL 试样于玻璃或聚四氟乙烯消解器皿中,含乙醇或二氧化碳的样品先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳,加 10 mL 硝酸-高氯酸(10+1)混合溶液,于电热板上或石墨消解装置上消解,消解过程中消解液若变棕黑色,可适当补加少

量混合酸,直至冒白烟,消化液呈无色透明或略带黄色,冷却,用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀备用;同时做空白试验。

12.2.4 干式消解法

准确称取 1 g~5 g(精确至 0.01 g)或准确移取 10.0 mL~15.0 mL 试样于坩埚中,置于 500 °C~550 °C 的马弗炉中灰化 5 h~8 h,冷却。若灰化不彻底有黑色炭粒,则冷却后滴加少许硝酸湿润,在电热板上干燥后,移入马弗炉中继续灰化成白色灰烬,冷却取出,加入 10 mL 硝酸溶液溶解,并用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀备用;同时做空白试验。

12.3 仪器参考条件

优化仪器操作条件,使待测元素的灵敏度等指标达到分析要求,编辑测定方法、选择各待测元素合适分析谱线,仪器操作参考条件见 B.3.1,待测元素推荐分析谱线见表 B.6。

12.4 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中,测定待测元素分析谱线的强度信号响应值,以待测元素的浓度为横坐标,其分析谱线强度响应值为纵坐标,绘制标准曲线。

12.5 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发射光谱仪中,测定待测元素分析谱线强度的信号响应值,根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

13 分析结果的表述

试样中待测元素的含量按式(3)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X —— 试样中待测元素含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

ρ —— 试样溶液中被测元素质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 —— 试样空白液中被测元素质量浓度,单位为毫克每升(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 —— 试样称取质量或移取体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留三位有效数字。

14 精密度

同第 7 章。

15 其他

固体样品以 0.5 g 定容体积至 50 mL,液体样品以 2 mL 定容体积至 50 mL 计算,本方法各元素的检出限和定量限见表 2。

表 2 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限 1 mg/kg	检出限 2 mg/L	定量限 1 mg/kg	定量限 2 mg/L
1	铝	Al	0.5	0.2	2	0.5
2	硼	B	0.2	0.05	0.5	0.2
3	钡	Ba	0.1	0.03	0.3	0.1
4	钙	Ca	5	2	20	5
5	铜	Cu	0.2	0.05	0.5	0.2
6	铁	Fe	1	0.3	3	1
7	钾	K	7	3	30	7
8	镁	Mg	5	2	20	5
9	锰	Mn	0.1	0.03	0.3	0.1
10	钠	Na	3	1	10	3
11	镍	Ni	0.5	0.2	2	0.5
12	磷	P	1	0.3	3	1
13	锶	Sr	0.2	0.05	0.5	0.2
14	钛	Ti	0.2	0.05	0.5	0.2
15	钒	V	0.2	0.05	0.5	0.2
16	锌	Zn	0.5	0.2	2	0.5

注：样品前处理方法为微波消解法及压力罐消解法。

附 录 A
标准溶液系列质量浓度

A.1 ICP-MS 方法中元素标准溶液系列质量浓度参见表 A.1。

表 A.1 ICP-MS 方法中元素的标准溶液系列质量浓度

序号	元素	单位	标准系列质量浓度					
			系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	B	μg/L	0	10.0	50.0	100	300	500
2	Na	mg/L	0	0.400	2.00	4.00	12.0	20.0
3	Mg	mg/L	0	0.400	2.00	4.00	12.0	20.0
4	Al	mg/L	0	0.100	0.500	1.00	3.00	5.00
5	K	mg/L	0	0.400	2.00	4.00	12.0	20.0
6	Ca	mg/L	0	0.400	2.00	4.00	12.0	20.0
7	Ti	μg/L	0	10.0	50.0	100	300	500
8	V	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
9	Cr	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
10	Mn	μg/L	0	10.0	50.0	100	300	500
11	Fe	mg/L	0	0.100	0.500	1.00	3.00	5.00
12	Co	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
13	Ni	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
14	Cu	μg/L	0	10.0	50.0	100	300	500
15	Zn	μg/L	0	10.0	50.0	100	300	500
16	As	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
17	Se	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
18	Sr	μg/L	0	20.0	100	200	600	1 000
19	Mo	μg/L	0	0.100	0.500	1.00	3.00	5.00
20	Cd	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
21	Sn	μg/L	0	0.100	0.500	1.00	3.00	5.00
22	Sb	μg/L	0	0.100	0.500	1.00	3.00	5.00
23	Ba	μg/L	0	10.0	50.0	100	300	500
24	Hg	μg/L	0	0.100	0.500	1.00	1.50	2.00
25	Tl	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
26	Pb	μg/L	0	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0

A.2 ICP-MS 方法中内标元素使用液参考浓度。

由于不同仪器采用的蠕动泵管内径有所不同,当在线加入内标时,需考虑使内标元素在样液中的浓

度,样液混合后的内标元素参考浓度范围为 25 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$,低质量数元素可以适当提高使用液浓度。

A.3 ICP-OES 方法中元素标准溶液系列质量浓度见表 A.2。

表 A.2 ICP-OES 方法中元素的标准溶液系列质量浓度

序号	元素	单位	标准系列质量浓度					
			系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	Al	mg/L	0	0.500	2.00	5.00	8.00	10.00
2	B	mg/L	0	0.050 0	0.200	0.500	0.800	1.00
3	Ba	mg/L	0	0.050 0	0.200	0.500	0.800	1.00
4	Ca	mg/L	0	5.00	20.0	50.0	80.0	100
5	Cu	mg/L	0	0.025 0	0.100	0.250	0.400	0.500
6	Fe	mg/L	0	0.250	1.00	2.50	4.00	5.00
7	K	mg/L	0	5.00	20.0	50.0	80.0	100
8	Mg	mg/L	0	5.00	20.0	50.0	80.0	100
9	Mn	mg/L	0	0.025 0	0.100	0.250	0.400	0.500
10	Na	mg/L	0	5.00	20.0	50.0	80.0	100
11	Ni	mg/L	0	0.250	1.00	2.50	4.00	5.00
12	P	mg/L	0	5.00	20.0	50.0	80.0	100
13	Sr	mg/L	0	0.050 0	0.200	0.500	0.800	1.00
14	Ti	mg/L	0	0.050 0	0.200	0.500	0.800	1.00
15	V	mg/L	0	0.025 0	0.100	0.250	0.400	0.500
16	Zn	mg/L	0	0.250	1.00	2.50	4.00	5.00

附录 B 仪器参考条件

B.1 消解仪操作参考条件

消解仪操作参考条件参考表 B.1。

表 B.1 样品消解仪参考条件

消解方式	步骤	控制温度 ℃	升温时间 min	恒温时间
微波消解	1	120	5	5 min
	2	150	5	10 min
	3	190	5	20 min
压力罐消解	1	80	—	2 h
	2	120	—	2 h
	3	160~170	—	4 h

B.2 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)

B.2.1 仪器操作参考条件见表 B.2。

表 B.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	参数
射频功率	1 500 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	采集模式	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 ℃	每峰测定点数	1~3
样品提升速率	0.3 r/s	重复次数	2~3

B.2.2 元素分析模式参考表 B.3。

表 B.3 电感耦合等离子体质谱仪元素分析模式

序号	元素名称	元素符号	分析模式	序号	元素名称	元素符号	分析模式
1	硼	B	普通/碰撞反应池	5	钾	K	普通/碰撞反应池
2	钠	Na	普通/碰撞反应池	6	钙	Ca	碰撞反应池
3	镁	Mg	碰撞反应池	7	钛	Ti	碰撞反应池
4	铝	Al	普通/碰撞反应池	8	钒	V	碰撞反应池

表 B.3 (续)

序号	元素名称	元素符号	分析模式	序号	元素名称	元素符号	分析模式
9	铬	Cr	碰撞反应池	18	锶	Sr	普通/碰撞反应池
10	锰	Mn	碰撞反应池	19	钼	Mo	碰撞反应池
11	铁	Fe	碰撞反应池	20	镉	Cd	碰撞反应池
12	钴	Co	碰撞反应池	21	锡	Sn	碰撞反应池
13	镍	Ni	碰撞反应池	22	锑	Sb	碰撞反应池
14	铜	Cu	碰撞反应池	23	钡	Ba	普通/碰撞反应池
15	锌	Zn	碰撞反应池	24	汞	Hg	普通/碰撞反应池
16	砷	As	碰撞反应池	25	铊	Tl	普通/碰撞反应池
17	硒	Se	碰撞反应池	26	铅	Pb	普通/碰撞反应池

B.2.3 元素干扰校正方程参考表 B.4。

表 B.4 元素干扰校正方程

同位素	推荐的校正方程
^{51}V	$[^{51}\text{V}] = [51] + 0.3524 \times [52] - 3.108 \times [53]$
^{75}As	$[^{75}\text{As}] = [75] - 3.1278 \times [77] + 1.0177 \times [78]$
^{78}Se	$[^{78}\text{Se}] = [78] - 0.1869 \times [76]$
^{98}Mo	$[^{98}\text{Mo}] = [98] - 0.146 \times [99]$
^{114}Cd	$[^{114}\text{Cd}] = [114] - 1.6285 \times [108] - 0.0149 \times [118]$
^{208}Pb	$[^{208}\text{Pb}] = [206] + [207] + [208]$

注 1: [X]为质量数 X 处的质谱信号强度——离子每秒计数值(CPS)。
注 2: 对于同量异位素干扰能够通过仪器的碰撞/反应模式得以消除的情况下,除铅元素外,可不采用干扰校正方程。
注 3: 低含量铬元素的测定需采用碰撞/反应模式。

B.2.4 待测元素和内标元素同位素(m/z)的选择参考表 B.5。

表 B.5 待测元素推荐选择的同位素和内标元素

序号	元素	m/z	内标	序号	元素	m/z	内标
1	B	11	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	6	Ca	43	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$
2	Na	23	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	7	Ti	48	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$
3	Mg	24	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	8	V	51	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$
4	Al	27	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	9	Cr	52/53	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$
5	K	39	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	10	Mn	55	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$

表 B.5 (续)

序号	元素	m/z	内标	序号	元素	m/z	内标
11	Fe	56/57	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	19	Mo	95	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
12	Co	59	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	20	Cd	111	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
13	Ni	60	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	21	Sn	118	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
14	Cu	63/65	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	22	Sb	123	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
15	Zn	66	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	23	Ba	137	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
16	As	75	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	24	Hg	200/202	$^{185}\text{Re}/^{209}\text{Bi}$
17	Se	78	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	25	Tl	205	$^{185}\text{Re}/^{209}\text{Bi}$
18	Sr	88	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	26	Pb	206/207/208	$^{185}\text{Re}/^{209}\text{Bi}$

B.3 电感耦合等离子体发射光谱仪

B.3.1 仪器操作参考条件

B.3.1.1 观测方式:垂直观测,若仪器具有双向观测方式,高浓度元素,如钾、钠、钙、镁等元素采用垂直观测方式,其余采用水平观测方式。

B.3.1.2 功率:1 150 W。

B.3.1.3 等离子气流量:15 L/min。

B.3.1.4 辅助气流量:0.5 L/min。

B.3.1.5 雾化气流量:0.65 L/min。

B.3.1.6 分析泵速:50 r/min。

B.3.2 待测元素推荐的分析谱线

待测元素推荐的分析谱线参考表 B.6。

表 B.6 待测元素推荐的分析谱线

序号	元素名称	元素符号	分析谱线波长 nm
1	铝	Al	396.15
2	硼	B	249.6/249.7
3	钡	Ba	455.4
4	钙	Ca	315.8/317.9
5	铜	Cu	324.75
6	铁	Fe	239.5/259.9
7	钾	K	766.49
8	镁	Mg	279.079

表 B.6 (续)

序号	元素名称	元素符号	分析谱线波长 nm
9	锰	Mn	257.6/259.3
10	钠	Na	589.59
11	镍	Ni	231.6
12	磷	P	213.6
13	锶	Sr	407.7/421.5
14	钛	Ti	323.4
15	钒	V	292.4
16	锌	Zn	206.2/213.8
