

ICPMS-2030 测定牙膏中 10 种元素含量 (SOP)

标准号：GB/T 38789-2020

■ 参考标准

中华人民共和国国家标准《GB/T 38789-2020 口腔清洁护理用品 牙膏中 10 种元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》

■ 方法概述

2.1 方法编制说明

本方法参考 GB/T 38789-2020《口腔清洁护理用品 牙膏中 10 种元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》制定。

2.2 方法使用范围

本方法确定检测牙膏中的 As、Cd、Cr、Cu、Fe、Hg、Mn、Pb、Se、Ti 共 10 种元素含量。

2.3 方法技术指标

本方法的检测限见表 1。

表 1 检出限考察结果

元素	仪器检出限 (µg/L)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	规定方法检出限 (mg/kg)	规定方法定量限 (mg/kg)
As	0.014	0.004	0.012	0.05	0.2
Cd	0.0006	0.0002	0.0006	0.05	0.2
Cr	0.025	0.007	0.020	0.1	0.3
Cu	0.012	0.003	0.010	0.1	0.3
Fe	0.174	0.044	0.145	1	3
Hg	0.007	0.002	0.006	0.05	0.2
Mn	0.004	0.001	0.004	0.1	0.3
Pb	0.014	0.004	0.012	0.05	0.2
Se	0.075	0.019	0.063	0.1	0.3
Ti	0.070	0.018	0.059	0.1	0.3

本方法标准溶液线性范围见表 2。

表 2 标溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (µg/L)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As	75	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Cd	75	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Cr	137	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Cu	9	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Fe	209	0	50.0	250	500	2500	5000

Hg	111	0	0.05	0.25	0.50	2.50	5.00
Mn	140	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Pb	59	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Se	52	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Ti	133	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100

■ 方法原理

样品经加酸微波消解后，消化液用电感耦合等离子体质谱进行测定，外标法定量。

■ 试剂与材料

实验用水由 Milli-Q 水净化系统经去离子与二次净化制得；

4.1 硝酸，电子级。

4.2 氢氟酸，电子级。

4.3 元素标准储备液（各为 1000 mg/L）：铅、砷、汞、硒、铁、铜、锰、镉、铬和钛使用具备标准物质证书的单元素或多元素标准储备液。

4.4 内标元素标准储备液（各为 1000 mg/L）：钪、锆、铟、铈、镧、铋等使用具备标准物质证书的单元素或多元素标准储备液。

4.5 混合标准工作溶液：吸取适量元素标准储备液，用 5% 硝酸溶液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 2。

注：根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。

4.6 内标工作溶液：取适量内标元素储备液，用 5% 硝酸溶液配制合适浓度的内标工作溶液。

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。

■ 仪器设备

本实验使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪，LabSolutions ICPMS 工作站：AUW220D 电子天平（日本岛津公司）；Advantage A10 超纯水仪（瑞士 Milli-Q 公司）。微波消解仪：配有聚四氟乙烯消解罐。可调式控温电热板：最高温度不低于 100℃。离心机：最高转速不低于 4000 rpm。

■ 测定步骤

6.1 样品前处理

试样消解：准确称取 0.1 g~0.3 g（精确至 0.001 g）试样于聚四氟乙烯消解罐中，加入 6 mL 硝酸，混匀，然后加入 2 mL 氢氟酸，旋紧罐盖，按照微波消解仪标准操作步骤进行消解，微波消解参考工作条件参见表 3。消解程序完成后，冷却至室温，打开消解罐，用 5 mL 水冲洗内盖，将消解罐置于控温电热板上，于 120℃ 加热赶酸至净干，冷却后将消化液移至 50 mL 容量瓶中，用 15 mL 水分 3 次洗涤消解罐，洗液合并于容量瓶中，用 5% 硝酸溶液定容至刻度，取部分溶液于离心管中，4000 rpm 转速下离心 2 min，上清液供电感耦合等离子质谱测定。

表 3 微波消解升温程序

程序	温度 /℃	升温时间 /min	恒温时间 /min
1	0~130	10	10
2	130~165	10	5
3	165~180	10	30

6.2 质谱参考条件

表 4 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	8.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

6.3 计算和报告

按公式 (1) 计算试样中待测元素含量 X

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times f}{m \times 1000}$$

式中:

X — 试样中待测元素的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg) ;

C — 试样中待测元素的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$) ;

C_0 — 试剂空白液中待测元素的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)

V — 试样定容体积, 单位为毫升 (mL) ;

m — 试样的质量, 单位为克 (g) 。计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留三位有效数字。

岛津应用云

