

ICP-MS 测定小龙虾虾肉、虾黄和养殖水体中重金属含量作业指导书 (SOP)

标准号：GB5009.268—2016

■ 参考标准

中华人民共和国国家标准《GB5009.268—2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》

■ 方法概述

2.1 方法编制说明

《GB5009.268—2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》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)。其中 ICP-MS 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。

2.2 方法使用范围

本方法适用于采用电感耦合等离子体质谱法 (ICP MS) 测定小龙虾虾肉、虾黄和养殖水体中 As、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Hg、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Se、V 和 Zn 等元素的含量。

2.3 方法技术指标

固体样品以 0.5 g 定容体积至 50 mL 计算，食品安全国家标准 GB5009.268—2016 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

元素	检出限 μg/kg	定量限 μg/kg
As	2.00	5.00
Ba	20.0	500
Cd	2.00	5.00
Co	1.00	3.00
Cr	50.0	200
Cu	50.0	200
Hg	1.00	3.00
Mn	100	300
Mo	10.0	30.0
Ni	200	500
Pb	20.0	50.0
Sb	10.0	30.0
Se	10.0	30.0
V	2.00	5.00
Zn	500	2000

■ 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（质荷比， m/z ）定性，采用内标法，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。

■ 仪器设备及辅助设备

4.1 仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030。

4.2 辅助设备

分析天平：Shimadzu AP135W；

微波消解仪 Milestone ETHOS UP；

移液枪：10 mL，1 mL，200 μ L。

■ 标准品、试剂、耗材

多元素标准溶液（20 mg/L），美国 AccuStandard；

钪、锆、铈、铟、铋混合标准溶液（100 mg/L），美国 AccuStandard。

硝酸：电子级

双氧水：电子级

离心管：15 mL

无针注射器：5 mL

微孔过滤膜：0.45 μ m

■ 操作步骤

6.1 标准工作曲线制作

6.1.1 标准工作溶液配制

标准工作溶液：吸取适量多元素混合标准贮备液，用 5% 硝酸溶液逐级稀释配成混合标准溶液系列；用 5% 硝酸溶液逐级稀释配制 Hg 单标溶液，加 2 mg/L 的 Au 溶液做稳定剂。各元素质量浓度见表 2 所示。

表 2 分析元素质量数及标准溶液浓度

分析元素	质量数	标准曲线浓度 (μ g/L)								
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9
As	75	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Ba	137	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	100	200
Cd	111	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Co	59	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Cr	52	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Cu	63	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	100	---
Mn	55	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	100	200
Mo	95	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Ni	60	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---

Pb	208	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	---	---	---
Sb	121	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Se	78	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
V	51	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	---	---
Zn	66	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	50.0	100	200
Hg	202	0	0.50	1.00	2.00	4.00	---	---	---	---

6.1.2 内标溶液配制

取适混合内标溶液（100 mg/L），用 5% 硝酸溶液配制成 0.5 mg/L 的内标使用液。

6.2 仪器条件

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

等离子体气流速：9.0 L/min

辅助气流速：1.1 L/min

载气流速：0.7 L/min

炬管类型：Mini

雾化器类型：同心

雾化室：旋流

雾室温度：5°C

采样深度：5.0 mm

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

碰撞气流速：6.0 mL/min

池电压：-21 V

能量过滤器电压：7.0 V

6.3 样品前处理

- 1) 称取约 1 g 破碎后虾肉、虾黄样品（鲜样）于聚四氟乙烯微波消解罐中。
- 2) 微波消解罐加入 6 mL HNO₃ 和 2 mL H₂O₂，放入微波消解仪中消解，消解程序见表 3。

表 3 微波消解程序

	步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
消解程序	1	120	5	5
	2	150	5	10
	3	190	5	20

3) 消解结束后冷却至室温，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，转移至 50 mL 容量瓶中，加入 2 mg/L 的 Au 溶液作为稳定剂，用去离子水定容至 50 mL，混匀备用。

4) 养殖水经 0.45 μm 滤膜过滤后，待测。

5) 同时做空白实验。

6.4 测定

按照 6.2 的仪器分析条件进行分析，若检测溶液中的元素含量超过本方法的标准曲线范围，则需要稀释检测溶液后进样分析。

6.5 计算和报告

试样中待测元素含量按照下式计算：

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

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

ρ —— 样品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）；

1000 —— 换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

■ 质量控制

表 4 质量控制要求对照表

项目	样品含量范围	判定准则
精密度	$c > 1\text{mg/kg}$	绝对差值不得超过算数平均值的 10%
	$0.1\text{mg/kg} < c \leq 1\text{mg/kg}$	绝对差值不得超过算数平均值的 15%
	$c \leq 0.1\text{mg/kg}$	绝对差值不得超过算数平均值的 20%

岛津应用云

