

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2208—2008

水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、 锌、砷、锶、钼、镉、铅、汞、硒的测定 微波消解-电感耦合等离子体-质谱法

Determination of sodium, magnesium, aluminium, calcium, chromium,
iron, nickel, copper, zinc, arsenic, strontium, molybdenum, cadmium,
lead, mercury, selenium in aquatic products—
Microwave digestion-ICP/MS method

2008-11-18 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、
锌、砷、锑、钼、镉、铅、汞、硒的测定
微波消解-电感耦合等离子体-质谱法
SN/T 2208—2008

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2009年2月第一版 2009年2月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-19476 定价 8.00 元

前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙玉岭、胡晓静、薛大方、黄大亮、钟志光、王玉萍、葛宝坤、高键会。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、 锌、砷、锶、钼、镉、铅、汞、硒的测定 微波消解-电感耦合等离子体-质谱法

1 范围

本标准规定了水产品中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、锶、钼、镉、铅、汞、硒的微波消解-电感耦合等离子体质谱法。

本标准适用于鱼类、贝类、藻类中钠、镁、铝、钙、铬、铁、镍、铜、锌、砷、锶、钼、镉、铅、汞、硒等元素的检测。

2 方法提要

样品经硝酸-过氧化氢预消解后,放入微波消解炉,按所设定程序消解试样,将消解液定容至一定体积,直接进行 ICP-MS 测定。以质荷比强度与其浓度的定量关系,测定样品中 16 个微量元素含量。

3 试剂和材料

除非有特殊说明,所用试剂均为优级纯,实验用水为电导率大于等于 18.2 MΩ/cm 超纯水。

3.1 硝酸:优级纯。

3.2 过氧化氢:优级纯。

3.3 硝酸溶液(1+19,体积比):取 50 mL 硝酸(3.1)加入 950 mL 超纯水。

3.4 硝酸溶液(1+5,体积比):取 50 mL 硝酸(3.1)加入 250 mL 超纯水。

3.5 调谐液(Li、Y、Ce、Tl、Co):10 μg/L,Agilent part # 5184-3566 或相当者。

3.6 多元素标准储备溶液:Na、Mg、Ca、Fe 浓度为 1 000 μg/mL;Sr 浓度为 100 μg/mL;Al、Cr、Ni、Cu、Zn、As、Mo、Cd、Pb、Se 浓度为 10 μg/mL。

3.7 多元素标准工作溶液:分取标准储备液(3.6)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.3)稀释至刻度,摇匀,此标准溶液中 Na、Mg、Ca、Fe 浓度为 100 μg/mL;Sr 浓度为 10 μg/mL,Al、Cr、Ni、Cu、Zn、As、Mo、Cd、Pb、Se 浓度为 1 μg/mL。现用现配。

3.8 汞标准储备液:10 μg/mL。

3.9 汞标准工作溶液:取标准储备液(3.8)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.3)稀释至刻度,摇匀,此标准溶液浓度为 0.1 μg/mL。现用现配。

3.10 内标储备液(⁶Li、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi):10 mg/L,Agilent part # 5183-4680 或相当者。

3.11 内标溶液(⁶Li、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi):取内标储备液(3.10)5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.3)稀释至刻度,摇匀,此内标溶液浓度为 1 mg/L。

3.12 高纯氩气:纯度大于 99.99%。

4 仪器与设备

4.1 电感耦合等离子体质谱分析仪。

4.2 分析天平:感量为 0.001 g。

4.3 微波消解装置。

4.4 聚四氟乙烯密封消解罐:100 mL。

4.5 超纯水净化器。

5 试样制备与保存

5.1 对于鲜活或水分含量高的水产品,取有代表性可食用部分 500 g,捣成匀浆,储存于-18℃以下冰柜中备用。

5.2 对于冷冻水产品,解冻后取有代表性可食用部分 500 g,捣成匀浆,储存于-18℃以下冰柜中备用。

注:在制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生含量的变化。

6 分析步骤

6.1 试样消解

称取干态试样 0.5 g(精确至 0.001 g)或湿态试样 1 g(精确至 0.001 g)置于聚四氟乙烯消解罐(4.4)中,加入 5 mL 硝酸(3.1),浸泡 1 h,再加入 2 mL 过氧化氢(3.2),密封,放入微波消解装置(4.3)中,参照附录 A 设定微波消解程序。消解结束后,冷却,将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,摇匀,待测定。

6.2 标准溶液工作曲线

分取 0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 多元素标准工作溶液(3.7)和 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 汞标准工作溶液(3.9)分别置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.3)稀释至刻度,此混合标准溶液中各元素浓度见表 1。

表 1 混合标准溶液中各元素浓度

单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)

元素	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
Na	0.0	100.0	500.0	1 000.0	5 000.0	10 000.0
Mg	0.0	100.0	500.0	1 000.0	5 000.0	10 000.0
Al	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Ca	0.0	100.0	500.0	1 000.0	5 000.0	10 000.0
Cr	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Fe	0.0	100.0	500.0	1 000.0	5 000.0	10 000.0
Ni	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Cu	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Zn	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
As	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Sr	0.0	10.0	50.0	100.0	500.0	1 000.0
Mo	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Cd	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Pb	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0
Hg	0.0	0.50	1.0	2.0	5.0	10.0
Se	0.0	1.0	5.0	10.0	50.0	100.0

注:可根据样品中杂质的实际含量确定标准系列中各金属元素的具体浓度。

6.3 空白试验

除不加入待测试样外,其他均按上述步骤 6.1 操作。

所有玻璃器皿均需要以硝酸溶液(3.4)浸泡 24 h,用水反复冲洗,最后用超纯水冲洗晾干后,方可

使用。

6.4 测定

参照附录 B 中表 B.1 调整仪器工作条件,用调谐液(3.5)参照附录 B 中表 B.2 调整仪器测量参数,参照附录 B 中表 B.3 选取内标元素。按顺序依此对标准溶液、空白溶液和试样溶液进行测定。若测定结果超出标准曲线的线性范围,应将试样稀释后再测定。

6.5 结果计算

按式(1)计算试样中待测元素的含量:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i ——试样中待测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——从标准曲线上查得试样溶液中各被测元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

c_{i0} ——从标准曲线上查得空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——测试溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7 测定低限、精密度和回收率

7.1 测定低限(LOQ)

本标准各元素的测定低限见表 2。

表 2 各元素测定低限

单位为毫克每千克(mg/kg)

元素	测定低限	元素	测定低限	元素	测定低限	元素	测定低限
Na	0.01	Cr	0.001	Zn	0.001	Cd	0.001
Mg	0.01	Fe	0.01	As	0.001	Pb	0.001
Al	0.001	Ni	0.001	Sr	0.001	Se	0.001
Ca	0.01	Cu	0.001	Mo	0.001	Hg	0.001

7.2 精密度(RSD)

精密度试验数据见表 4。

表 3 精密度实验

元 素	相对标准偏差/%	元 素	相对标准偏差/%
Na	1.36~3.22	Zn	1.66~3.95
Mg	1.65~3.63	As	5.33~8.21
Al	3.33~6.16	Sr	2.79~5.76
Ca	2.85~6.55	Mo	3.11~7.71
Cr	5.35~8.96	Cd	4.85~10.38
Fe	5.53~8.74	Pb	3.10~7.11
Ni	2.34~4.38	Se	4.31~7.35
Cu	2.73~4.87	Hg	6.78~13.56

7.3 回收率

各元素标准添加浓度和回收率范围参见附录 C。

附 录 A
(资料性附录)
微波消解程序

表 A.1 微波消解¹⁾

项 目	消 解 程 序				
	1	2	3	4	5
微波功率/W	250	0	250	450	600
加热时间/min	1	2	5	5	5
注：先低功率消化 1 min, 然后静置 2 min, 待剧烈反应停止后, 再逐渐增大功率, 置消解完全。					

1) 非商业性声明：附录 A 中所列微波消解程序是在 MILESSTONE 型号 MLS1200mega 微波消解装置上完成的，此处所列试验用仪器型号仅是为了提供参考，并不涉及商业目的，鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

附录 B
(资料性附录)

表 B.1 ICP-MS 仪器工作条件¹⁾

雾化器	Babington 雾化器	雾化室	石英双通道
炬管	石英一体化, 2.5 mm 中心通道	雾化室温度	2 °C
取样锥/截取锥	1.0/0.4 mm(Ni)锥	载气流速	1.20 L/min
高频发射功率	1 200 W	样品提升时间	45 s
样品提升速率	0.4 rps	稳定时间	45 s
采样深度	6.4 mm	冷却气流量	16.0 L/min
样品提升量	1.1 mL/min	扫描方式	跳峰
观测点/峰	3		

表 B.2 ICP-MS 仪器测量参数¹⁾

项 目	⁷ Li	⁸⁹ Y	²⁰⁵ Tl
轴偏移(amu)	7±0.1	89±0.1	205±0.1
分辨率(W-10%)	0.65~0.80	0.65~0.80	0.65~0.80
精密度(RSD)	<15%	<15%	<15%
背景(cps)	30	15	15
氧化物比值	¹⁵⁶ CeO/ ¹⁴⁰ Ce: <0.5%		
双电荷比值	⁷⁰ Ce ⁺⁺ / ¹⁴⁰ Ce ⁺ : <3%		

表 B.3 内标元素选择

质子数	元素	积分时间/s	内标元素
63	Cu	0.1	Ge
66	Zn	0.1	Ge
75	As	0.5	Ge
111	Cd	0.5	In
202	Hg	1.0	Bi
208	Pb	0.1	Bi
23	Na	0.1	Sc
24	Mg	0.1	Sc
27	Al	0.1	Sc
82	Se	0.1	Ge

1) 非商业性声明:附录 B 中表 B.1 和表 B.2 所列工作条件和测量参数是在 HP4500 电感耦合等离子体-质谱仪上完成的,此处所列试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

表 B.3 (续)

质子数	元素	积分时间/s	内标元素
57	Fe	0.1	Sc
60	Ni	0.1	Sc
88	Sr	0.1	Ge
95	Mo	0.1	Ge
40	Ca	0.1	Sc
52	Cr	0.1	Sc

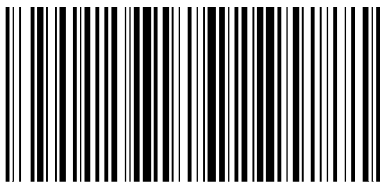
附 录 C
(资料性附录)
回收率试验

表 C.1 回收率

元素	贻 贝			黄 鱼		
	原浓度/ (mg/kg)	添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ %	原浓度/ (mg/kg)	添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ %
Cu	7.7	5.0	95.5~103.4	1.36	1.0	97.3~103.6
		10.0	92.2~101.8		2.0	95.5~103.1
		20.0	96.5~105.8		4.0	95.1~106.9
Zn	138	50.0	96.3~100.5	28.8	15.0	96.5~103.4
		100.0	96.4~103.6		30.0	94.3~105.5
		200.0	97.8~108.6		60.0	96.2~106.8
As	6.1	5.0	93.5~99.1	5.08	2.5	90.2~103.4
		10.0	88.4~104.1		5.0	82.4~107.1
		20.0	91.6~108.1		10.0	85.5~108.3
Pb	1.96	1.0	90.4~103.5	0.25	0.10	95.5~105.4
		2.0	93.3~105.6		0.25	90.5~109.3
		4.0	95.5~108.3		1.00	93.4~108.5
Na	5 320	2 000	99.3~103.9	1 700	1 000	97.1~99.8
		5 000	98.0~103.3		2 000	98.3~103.7
		10 000	97.3~104.8		4 000	98.2~105.4
Mg	1 970	1 000	97.2~101.5	1 300	500	97.4~102.2
		2 000	97.1~101.5		1 000	98.5~102.1
		4 000	97.9~102.9		2 000	98.1~102.5
Al	231	100	94.2~101.5	1 700	1 000	96.9~102.8
		250	96.3~104.8		2 000	93.8~105.6
		500	95.8~106.4		4 000	94.7~104.9
Ca	13 500	5 000	95.5~103.4	510	250	91.2~103.3
		10 000	95.1~104.2		500	95.2~106.4
		25 000	96.7~105.3		1 000	96.5~105.9
Se	3.65	2.0	93.2~102.3	1.76	1.0	92.8~104.5
		5.0	95.3~105.8		2.0	94.7~107.8
		10.0	94.6~107.1		4.0	93.6~106.6
Fe	221	100	95.5~101.1	16.7	10.0	96.5~102.7
		200	95.1~104.7		20.0	95.6~105.5
		400	96.1~103.4		40.0	96.6~105.9
Ni	1.03	0.50	95.6~103.4	1.50	1.0	94.8~101.9
		1.00	94.4~106.3		2.0	93.6~103.4
		2.00	96.8~106.7		4.0	95.7~105.5

表 C.1(续)

元素	贻 贝			黄 鱼		
	原浓度/ (mg/kg)	添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ %	原浓度/ (mg/kg)	添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ %
Sr	12.8	5.0	93.6~99.7	0.90	0.5	95.3~103.1
		10.0	93.9~105.8		1.0	91.3~109.7
		20.0	96.7~104.6		2.0	92.6~105.6
Mo	0.6	0.2	88.4~103.2	0.016	0.010	88.3~105.5
		0.5	85.8~108.9		0.020	85.4~108.9
		1.0	90.1~107.7		0.040	87.6~109.3
Cr	0.57	0.2	91.3~104.7	0.43	0.20	90.5~104.7
		0.5	90.4~105.7		0.40	89.5~108.2
		1.0	92.8~107.3		0.80	93.7~107.9
Hg	0.067	0.03	81.3~108.9	0.17	0.10	83.3~106.7
		0.06	80.1~109.8		0.20	82.1~109.9
		0.12	85.4~108.9		0.40	83.5~106.8



SN/T 2208-2008

书号:155066·2-19476

定价: 8.00 元