



中华人民共和国国家标准

GB/T 35876—2018

粮油检验 谷物及其制品中钠、镁、钾、钙、 铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、镉和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

Inspection of grain and oils—Determination of sodium, magnesium, kalium, calcium, chromium, manganese, iron, copper, zinc, arsenic, selenium, cadmium and plumbum in cereals and derived products—Inductively coupled plasma-mass spectrometric method

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位:农业部谷物及制品质量监督检验测试中心(哈尔滨)、黑龙江省农业科学院农产品质量安全研究所。

本标准主要起草人:陈国友、杜英秋、马永华、单宏、苏萍、程爱华、王乐凯。

粮油检验 谷物及其制品中钠、镁、钾、钙、 铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、镉和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体质谱法测定谷物及其制品中钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)、铬(Cr)、锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn)、砷(As)、硒(Se)、镉(Cd)和铅(Pb)含量的原理、试剂和材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算及精密度要求。

本标准适用于谷物及其制品中 Na、Mg、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Cu、Zn、As、Se、Cd 和 Pb 含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样消解液经雾化由载气导入等离子体(ICP),在高温离子源内通过蒸发、解离、原子化、电离等过程,转化为带正电荷的离子,离子经透镜系统到达质谱仪(MS),质谱仪根据质荷比进行分离,质谱信号强度(CPS)与进入质谱检测器的离子数成正比,即质谱的离子记数与试样溶液中待测元素的浓度成正比,通过测量质谱的离子记数来测定样品中元素的含量与标准系列比较——“内标法定量”,计算出样品中待测元素的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为优级纯,实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 硝酸: $\varphi(\text{HNO}_3)=65\%$,必要时进行重蒸馏或选用高纯试剂。

4.2 过氧化氢: $\varphi(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ 。

4.3 硝酸溶液(2+98):量取 20 mL 硝酸(4.1),缓缓加入 980 mL 水中,混匀。

4.4 质谱调谐溶液:直接购买有证的国家标准溶液;锂(Li)、钇(Y)、铊(Tl)等混合质谱调谐溶液,质量浓度为 $10\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。临用前用硝酸溶液(4.3)稀释成浓度为 $0.010\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.5 内标溶液:直接购买有证的国家标准溶液;钪(Sc)、锗(Ge)、铟(In)、铋(Bi)混合内标溶液,质量浓度为 $10\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。临用前用硝酸溶液(4.3)稀释成浓度为 $1.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.6 无机元素混合标准储备液:直接购买有证的国家标准溶液;质量浓度钠、镁、铬、锰、铁、铜、锌、砷、镉为 $50\ \mu\text{g}/\text{mL}$,钾、钙、硒、铅为 $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.7 无机元素混合标准使用液:根据需要吸取适量的无机元素混合标准储备液(4.6),用硝酸溶液(4.3)逐级稀释成钠、镁、铬、锰、铁、铜、锌、砷、镉元素标准使用液的浓度为 $5.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$;钾、钙、硒、铅标准使用