



T/CAIA

中国分析测试协会标准

T/CAIA/SH010-2017

清酒 铅砷的测定电感耦合等离子体质谱法

Sake Determination of Pb and As ICP-MS method

2017-07-20 发布

2017-10-01 实施

中国分析测试协会发布

目 次

前言.....	1
1 范围.....	2
2 规范性引用文件.....	2
3 方法提要.....	2
4 试剂.....	2
5 仪器装置.....	3
6 分析步骤.....	3
7 计算.....	4
8 精密度.....	4
9、质量保证与控制.....	5

前 言

本标准由中国分析测试协会标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：荣成常尝贸易有限公司，荣成出入境检验检疫局，山东时进检测服务有限公司，潍坊出入境检验检疫局，莱州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：常志云，王俊钧，陈坤，张丽娜，刘晓静，刘鑫，李凯，王吉腾。

本标准为首次制订。

清酒中铅砷的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体质谱法测定清酒中铅、砷含量的方法。

本标准适用于清酒中 0.01mg/L~4 mg/L 铅、0.01mg/L~4mg/L 砷的测定。

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，仅所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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 5750.5 生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分 总则与定义 (ISO 5725-1, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法 (ISO 5725-2, IDT)

3 方法提要

样品经硝酸消解后，用电感耦合等离子体质谱仪测定，内标校正，工作曲线法定量。

4 试剂

除非另有说明，分析中仅使用认可的优级纯试剂和 GB/T6682 规定的一级水。

4.1 硝酸 (ρ 约 1.42g/mL)。

4.2 硝酸 (1+24)。

4.3 氩气 (体积分数 \geq 99.99%)。

4.4 铅、砷混合标准溶液 (均为 10 μ g/mL) :由铅、砷溶液标准物质 (1mg/mL) 逐级稀释制成。

4.5 锆、铋混合内标溶液 (均为 50ng/mL) :由锆、铋溶液标准物质 (10 μ g/mL) 以硝酸 (4.2) 逐级稀释制成。

4.6 ^7Li 、 ^{89}Y 、 ^{205}Tl 调节溶液 (均为 1ng/mL) :由 ^7Li 、 ^{89}Y 、 ^{205}Tl 溶液标准物质 (10 μ g/mL) 以硝酸 (4.2) 逐级稀释制成。

5 仪器装置

电感耦合等离子体质谱仪

6 分析步骤

6.1 样品量

准确量取样品 1.0mL。

6.2 测定次数

准确量取样品两份，进行平行测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同样品做双份空白试验。

6.4 分析试液的制备

已准确量取的样品中加入 4.0mL 硝酸（4.1），常温下反应产生大量棕色气体，准确加入 4.0mL 锗、铋混合内标溶液（4.5），以水定容至 100mL。

6.5 标准系列溶液的配制

移取 0.0mL、0.050mL、0.10mL、0.50mL、1.0mL、4.0mL 铅、砷混合标准溶液（4.4）至 6 个 10mL 容量瓶中，分别准确加入 0.4mL 锗、铋内标溶液（4.5），以硝酸（4.2）稀释至刻度，混匀。

6.6 测定

6.6.1 元素分析参数

待测元素分别选为 ^{208}Pb 和 ^{75}As ，内标元素为 ^{72}Ge 和 ^{209}Bi 。编辑干扰校正方程对检测结果进行校正，分别为： $[^{208}\text{Pb}] = [206] + [207] + [208]$ 和 $[^{75}\text{As}] = [75] - 3.127 \times [77] + 2.736 \times [82] - 2.76 \times [83]$ 。

6.6.2 推荐的仪器工作参数

推荐的仪器工作参数见表 1。

表 1 推荐的仪器工作参数

项目	参数
质量轴	$^7\text{Li} : 7.0 \pm 0.1 \text{amu} ; ^{89}\text{Y} : 89.0 \pm 0.1 \text{amu} ; ^{205}\text{Tl} : 205.0 \pm 0.1 \text{amu}$
分辨率 (10%)	0.65~0.80amu
灵敏度(0.1s, 10×10^{-9})	Li: ≥ 3000 ; Y: ≥ 10000 ; Tl: ≥ 6000
氧化物(156/140)	$\leq 2.0\%$

6.6.2 测量

将标准系列溶液（6.5），空白试验（6.3）溶液，分析试液（6.4）同时按推荐的仪器工作参数进行测量。计算机自动拟合工作曲线并由工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

7 计算

按式（1）计算样品中铅、砷的质量浓度：

$$\rho_x = \frac{(\rho - \rho_0)V \times 10^3}{V_0 \times 10^3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中

ρ_x ---样品中铅或砷的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ ---分析试液中铅、砷的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ---空白试液中铅、砷的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ---样品定容体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ---量取的样品的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%。表 2 给出了铅、砷重复性限的计算线性方程。

表 2 铅、砷的重复性限

测定元素	含量范围	重复性限
砷	0.05 mg/L~4mg/L	$r=0.0837 \bar{\rho} + 0.0197$
铅	0.05 mg/L~4mg/L	$r = 0.0591 \bar{\rho} + 0.0427$

$\bar{\rho}$ —两个测定值的平均值。

8.2 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%。表 3 给出了铅、砷再现性限的计算线性方程。

表 2 铅、砷的再现性限

测定元素	含量范围	再现性限
砷	0.05 mg/L~4mg/L	$R=0.0839 \bar{\rho} + 0.02$
铅	0.05 mg/L~4mg/L	$R= 0.0727 \bar{\rho} + 0.0386$

$\bar{\rho}$ —两个测定值的平均值。

9 质量保证与控制

为保证检测结果的质量，实验过程中每批次样品应随同样品做双份空白试验；并且应检测两个平行样，在重复性条件下获得的两次独立检测结果的绝对差值不得超过重复性限；并做加标回收实验，回收率保证在 80%~110%之间。