

ICS 71.100.60

Y 41

中华人民共和国国家质量监督

检验检疫总局备案号：33568-2012

# DB53

# 云南省地方标准

DB53/T 394—2012

---

## 桉叶油中铅、镉、砷、铬、汞含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

2012-03-15 发布

2012-05-01 实施

---

云南省质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由云南出入境检验检疫局提出。

本标准由云南省质量技术监督局归口。

本标准由云南出入境检验检疫局负责起草，由云南绿宝香精香料有限公司、昆明芬美意香料有限公司参加起草。

本标准主要起草人：梁文君、谢爱群、陈洁、张禹红、罗雁华、梁云华、朱红玉、范云、李辉、谢玉俊、彭美阳、胡济娜、李银海。



# 桉叶油中铅、镉、砷、铬、汞含量的测定

## 电感耦合等离子体质谱法

### 1 范围

本标准规定了使用电感耦合等离子体质谱仪测定桉叶油中铅、镉、砷、铬、汞含量的方法。  
本标准适用于桉叶油中铅、镉、砷、铬、汞含量的测定。

### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15687 油脂试样制备

### 3 原理

桉叶油试样加入硝酸、过氧化氢，经微波消解仪消解处理，采用校准工作曲线法，用电感耦合等离子体质谱仪测定元素离子强度，计算各元素含量。

### 4 试剂

除非另有说明，所用化学试剂均为优级纯，试验用水为 GB/T 6682 规定的二级以上水。

4.1 硝酸： $\rho=1.42$  g/mL，用酸纯化器提纯后使用。

4.2 过氧化氢：30%。

4.3 铅、镉、砷、铬、汞标准溶液：浓度均为 1.000  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4 铅、镉、砷、铬、汞混合标准溶液：按照 GB/T 602 要求，使用标准溶液（4.3）配制浓度为 0.00  $\mu\text{g/L}$ 、5.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.00  $\mu\text{g/L}$ 、20.00  $\mu\text{g/L}$ 、30.00  $\mu\text{g/L}$ 、50.00  $\mu\text{g/L}$  的混合标准溶液。

4.5 高纯氩气：纯度 99.999 % 以上。

### 5 仪器与设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪，仪器工作条件参见附录 A。

5.2 微波消解仪，仪器工作条件参见附录 B。

5.3 酸纯化器。

5.4 分析天平：感量为 0.1 mg。

### 6 分析步骤

### 6.1 试样制备

桉叶油试样按GB/T 15687制备，称取0.4 g，精确至0.000 1 g。

### 6.2 试样消解

将试样（6.1）置于微波消解罐中，加入 5 mL 硝酸（4.1）、0.5 mL 过氧化氢（4.2），轻摇、静置 30 min 后，密封。参照附录 B 的工作条件进行消解，消解完成后，取下冷却、泄压、赶酸（120 °C 以下），保留溶液体积约 2 mL，加入 10 mL~20 mL 水溶解盐类，冷却至室温，移至 50 mL 塑料容量瓶，加水至刻度，混匀，待测。随同试样进行空白试验。

### 6.3 校准曲线绘制

使用电感耦合等离子体质谱仪，参见附录 A 推荐的仪器工作条件，依次测定铅、镉、砷、铬、汞混合标准溶液（4.4）中各元素离子强度，以元素浓度为横坐标，离子强度为纵坐标，绘制校准曲线。

### 6.4 测定

按照 6.3 条件，测定 6.2 制备的桉叶油试样溶液中铅、镉、砷、铬、汞离子强度，在各自校准曲线上查找到相应浓度值，计算桉叶油试样中各元素含量（w）。

## 7 结果计算

桉叶油试样中铅、镉、砷、铬、汞含量按式（1）计算：

$$w = \frac{(c - c_0) \times V}{M} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w —— 桉叶油中铅、镉、砷、铬、汞含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- C —— 试样溶液中铅、镉、砷、铬、汞浓度，单位为微克每升（μg/L）；
- C<sub>0</sub> —— 空白试液中铅、镉、砷、铬、汞浓度，单位为微克每升（μg/L）；
- V —— 试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；
- M —— 桉叶油试样质量，单位为克（g）；

取二次平行测定结果的平均值，保留 2 位小数，二次结果绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 8 检出限、重现性和再现性

本方法的检出限、重现性和再现性见附录 C。

附 录 A  
(资料性附录)  
电感耦合等离子体质谱仪工作条件

电感耦合等离子体质谱仪推荐工作条件及测定元素的质量数见表A.1、A.2。

表A.1 仪器工作条件

项目	参数
真空度	$\leq 1 \times 10^{-7}$ Torr
雾化器气流量	0.57 L/min
等离子体气流量	15 L/min
模拟极电压	-1 850 volts
离子镜电压	6 volts
脉冲电压	975 volts
功率	1 175 Watts
氧化离子(CeO)	<3.0%
双电荷离子(Ba <sup>2+</sup> )	<3.0%

表A.2 测定元素的质量数

测定元素	Pb	As	Cd	Cr	Hg
质量数	208	75	111	52	202

附录 B  
(资料性附录)  
微波消解仪工作条件

微波消解仪推荐工作条件见表B.1。

表B.1 微波消解仪推荐工作条件

温度 ℃	压力 bar	升温时间 min	保持时间 min	功率 %
160	50	5	15	90
210	50	3	15	90
50	0	1	10	0
50	0	1	10	0
50	0	1	1	0



附 录 C  
(资料性附录)  
检出限、重现性和再现性

检出限、重现性和再现性见表C.1。

表C.1 检出限、重现性和再现性

元素	工作曲线范围 $\mu\text{g/L}$	线性相关系数	检出限 $\mu\text{g/kg}$	重现性限 r n=10, %	再现性限 R n=7, %
Pb	0~50	$\geq 0.9995$	3.0	3.6	9.5
Cd	0~50	$\geq 0.9995$	1.0	5.1	11.0
As	0~50	$\geq 0.9995$	4.0	2.3	10.5
Cr	0~50	$\geq 0.9995$	3.0	6.7	10.1
Hg	0~50	$\geq 0.9995$	50.0	4.0	7.4