



T/CAIA

中国分析测试协会标准

T/CAIA/SH012-2019

海水养殖水 镉的测定 电感耦合等离子体
质谱法

Aquaculture seawater Determination of Cd
ICP-MS method

2019-09-10 发布

2019-10-01 实施

中国分析测试协会发布

目 次

前言	II
引言	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法提要.....	1
4 试剂.....	1
5 仪器装置.....	1
6 分析步骤.....	1
7 计算.....	2
8 精密度.....	3

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：威海永清环保科技有限公司，荣成检验检疫局综合技术服务中心，山东时进检测服务有限公司，威海海翔食品检测服务有限公司。

本标准主要起草人：王晓阳、王俊钧、陈坤、张金玲、张丽娜、刘鑫、李凯、康述超、吕桂宁、单晓玲、宋桂华。

本标准为首次制订。

海水养殖水 镉的测定 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海水养殖水中镉含量的方法。

本文采用稀硝酸直接稀释处理海水养殖水，使用电感耦合等离子体质谱检测镉元素含量。

本标准适用于海水养殖水中镉 $0.5\sim 5\mu\text{g/L}$ 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 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(1+24)稀释后，用电感耦合等离子体质谱法测定，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GB/T6682规定的一级水。

4.1 硝酸(1+24)

4.2 氩气(体积分数>99.99%)

4.3 标准溶液：

镉元素标准溶液(1g/L, 国家一级标准物质)，

In元素标准溶液(10mg/L)， ^7Li 、 ^{89}Y 、 ^{205}Tl 调节溶液(10mg/L)。

4.4 镉标准溶液(10 $\mu\text{g/L}$)：由镉标准溶液(1g/L)逐级稀释制成，此溶液现用现配。

4.5 In内标溶液(500 $\mu\text{g/L}$)

由In元素标准溶液(10mg/L)以硝酸(4.1)逐级稀释制成。

4.6 ^7Li 、 ^{89}Y 、 ^{205}Tl 调谐溶液

由⁷Li、⁸⁹Y、²⁰⁵Tl标准溶液（10mg/L）以硝酸（4.1）逐级稀释制至适宜浓度。

5 仪器装置

电感耦合等离子体质谱仪

6 分析步骤

海水以0.45μm纤维滤膜过滤后，加硝酸（4.1）酸化至pH小于2，储存于聚乙烯塑料瓶或硬质玻璃瓶。

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

随同样品做空白试验。

6.4 分析试液的制备

准确量取样品1.0mL，准确加入 1.0 mL内标溶液（4.5），以硝酸（4.1）溶液定容至10.00mL，振摇均匀，进样检测。

6.5 标准系列溶液的配制

移取0.0mL、0.10mL、0.20mL、0.80mL、2.00mL、5.00mL镉标准溶液（4.4）至6个10mL容量瓶，分别准确加入 1.0 mL内标溶液（4.5），以硝酸（4.1）稀释至刻度，混匀。

6.6 测定

6.6.1 元素分析参数

待测元素为Cd，选择同位素114，选用内标元素¹¹⁵In。编辑干扰校正方程对检测结果进行校正： $[^{114}\text{Cd}] = [114] - 0.02683[118]$ 。

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 ICP-MS 调谐参数

项目	范围
质量轴	⁷ Li : 7.0±0.05amu ; ⁸⁹ Y : 89.0±0.05amu ; ²⁰⁵ Tl: 205.0±0.05amu
分辨率(at 10%)	0.65-0.80amu
灵敏度(0.1sec., 1ug/L)	Li: ≥3000; Y: ≥10000; Tl: ≥6000
氧化物 (156/140)	≤2.0%
Doubly Charged (双电荷)	≤3.0%

6.6.3 测量

将标准系列溶液，空白试验溶液，分析试液同时按推荐的仪器工作参数进行测量。由标准曲线法计算出被测元素的质量浓度。

7 计算

按式（1）计算样品中镉的质量浓度

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

式中

- ρ_x ----- 样品中镉的质量浓度，mg/L；
 ρ ----- 分析试液中镉的质量浓度，mg/L；
 ρ_0 ----- 空白试液中镉的质量浓度，mg/L；
 V ----- 样品定容体积，mL；
 V_0 ----- 量取的样品的体积，mL；

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）的情况下不超过5%。表2给出了镉重复性限的计算线性方程。

表2 镉的重复性限

测定元素	含量范围	重复性限
镉	0.5~5 μ g/L	$r = 0.1233\bar{\rho} + 0.0177$

表2: $\bar{\rho}$ - 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给出了镉再现性限的计算线性方程。

表3 镉的再现性限

测定元素	含量范围	再现性限
镉	0.5~5 μ g/L	$R = 0.1311\bar{\rho} + 0.0249$

表3: $\bar{\rho}$ - 两个测定值的平均值

9 质量保证和控制

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。
