

SF

中华人民共和国司法行政行业标准

SF/T 0174—2024
代替 SF/Z JD0107017—2015

生物检材中锂等 32 种元素的电感耦合等离子体质谱检验方法

Determination of 32 elements including lithium in biological samples by inductively coupled plasma-mass spectrometry

2024 - 12 - 30 发布

2025 - 06 - 01 实施

中华人民共和国司法部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂、仪器和设备	1
6 操作方法	2
7 分析结果评价	4
附录 A（资料性） 32 种元素的相关信息及方法的线性范围、检出限和定量限	5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替SF/Z JD0107017—2015《生物检材中32种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》，与SF/Z JD0107017—2015相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了元素“锡(Sn)”（见SF/Z JD0107017—2015的附录A）；
- b) 删除了元素“铝(Al)”（见SF/Z JD0107017—2015的附录A）；
- c) 增加了元素“金(Au)”（见附录A）；
- d) 增加了元素“汞(Hg)”（见附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由司法鉴定科学研究院提出。

本文件由司法部信息中心归口。

本文件起草单位：司法鉴定科学研究院、北京市公安司法鉴定中心、上海市公安局物证鉴定中心、广东正孚法医毒物司法鉴定所。

本文件主要起草人：马栋、骆如欣、张素静、乔静、张文芳、张瑛、梁晨、刘晓云、沈敏、刘伟、向平、严慧、沈保华、卓先义、吴何坚。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2015年首次发布为SF/Z JD0107017—2015；
- 本次为第一次修订。

生物检材中锂等 32 种元素的电感耦合等离子体质谱检验方法

1 范围

本文件描述了生物检材（血液、尿液和头发）中锂、铍、硼、镁、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、硒、铷、锶、锆、钼、银、镉、铟、铊、铅、铋、铀32种元素的电感耦合等离子体质谱检验方法，包括原理，试剂、仪器和设备，操作方法以及分析结果评价。

本文件适用于生物检材（血液、尿液和头发）中锂、铍、硼、镁、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、硒、铷、锶、锆、钼、银、镉、铟、铊、铅、铋、铀32种元素的定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GA/T 122 毒物分析名词术语

3 术语和定义

GA/T 122界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

加热密闭容器内的血液和头发样品，使血液和头发样品中的有机质在强酸和强氧化剂的作用下被破坏。尿液样品可采用直接稀释方法降低基质效应的影响。经处理后的上述样品使用指定的元素作为内标，采用在线内标加入法将内标溶液和消解溶液同时通过蠕动泵导入电感耦合等离子体质谱仪系统，样品经雾化、解离、原子化和离子化等过程后，经质量分析器对待测元素按照质荷比进行检测。

5 试剂、仪器和设备

5.1 试剂

试验用水应为符合 GB/T 6682 规定的一级水。所用试剂及要求如下。

- a) 30%过氧化氢溶液：优级纯。
- b) 65%浓硝酸溶液：优级纯。
- c) 2%硝酸溶液：由 65%浓硝酸溶液加水配制而成。
- d) 5%硝酸溶液：由 65%浓硝酸溶液加水配制而成。
- e) 电感耦合等离子体质谱仪调谐溶液： ^7Li 、 ^{59}Co 、 ^{115}In 和 ^{238}U 混合标准溶液（浓度为 $1\ \mu\text{g/L}$ ），溶剂为 2%硝酸溶液。密封，置于冰箱中冷藏保存，有效期 12 个月。
- f) 氩气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- g) 标准物质溶液：
 - 1) 标准物质储备溶液：含待测元素的标准物质储备溶液（质量浓度为 $10\ \text{mg/L}$ ），溶剂为 5%硝酸溶液。密封，置于冰箱中冷藏保存，有效期 12 个月；
 - 2) 标准物质工作溶液：试验中所用其他浓度的标准物质工作溶液均由符合 5.1 g) 1) 的标准物质储备溶液用 5%硝酸溶液稀释得到，即配即用。

h) 内标溶液:

- 1) 内标储备溶液: 含 ^6Li 、 ^{72}Ge 、 ^{89}Y 、 ^{115}In 和 ^{159}Tb 元素的混合内标储备溶液 (质量浓度为 10 mg/L), 溶剂为 5% 硝酸溶液。密封, 置于冰箱中冷藏保存, 有效期 12 个月;
- 2) 内标工作溶液: 5 $\mu\text{g/L}$ 的内标工作溶液由符合 5.1 h) 1) 的内标储备溶液用 5% 硝酸溶液稀释得到。密封, 置于冰箱中冷藏保存, 有效期 3 个月。

5.2 仪器和设备

仪器和设备及要求如下。

- a) 电感耦合等离子体质谱仪: 质量扫描范围 5 amu~260 amu 或更宽。
- b) 电子天平: 分度值 ≤ 0.1 mg。
- c) 干式恒温器: 可控温度范围 20 $^{\circ}\text{C}$ ~120 $^{\circ}\text{C}$, 温度稳定性 ± 1 $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 样品管 (聚丙烯材质)。
- e) 容量瓶 (聚丙烯材质)。
- f) 移液器。

6 操作方法

6.1 样品前处理

6.1.1 血液样品

吸取检材样品血液 250 μL 两份, 置于样品管中, 分别加入 65% 浓硝酸溶液 800 μL 和 30% 过氧化氢溶液 200 μL , 密闭静置 10 min 后, 将样品管置于干式恒温器升温至 90 $^{\circ}\text{C}$ 加热消解 3 h。待消解完成后, 使消解溶液降至室温 (可采用冰水浴迅速降温), 在通风橱内旋开瓶盖, 转移消解溶液于容量瓶中, 用少许水连续冲洗样品管三次, 合并倒入 10 mL 容量瓶, 继续加入水定容至刻度。

6.1.2 尿液样品

吸取检材样品尿液 250 μL 两份, 置于 10 mL 容量瓶中, 加入 5% 硝酸溶液定容至刻度。

6.1.3 头发样品

依次用适量的水和丙酮将头发样品振荡洗涤两次, 晾干后剪成约 1 mm 段。称取 20 mg 头发两份置于样品管中, 分别加入 65% 浓硝酸溶液 800 μL 和 30% 过氧化氢溶液 200 μL , 密闭静置 10 min 后, 将样品管置于干式恒温器升温至 90 $^{\circ}\text{C}$ 加热消解 3 h。待消解完成后, 使消解溶液降至室温 (可采用冰水浴迅速降温), 在通风橱内旋开瓶盖, 转移消解溶液于容量瓶中, 用少许水连续冲洗样品管三次, 合并倒入 10 mL 容量瓶, 继续加入水定容至刻度。

6.2 仪器检测

6.2.1 参考条件

每次测定前使用调谐溶液对电感耦合等离子体质谱仪参数进行优化, 质谱参考条件见表 1。

表 1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

参数名称	参考条件
载气流速/ (L/min)	1
辅助气流速/ (L/min)	0.8
等离子气流速/ (L/min)	14
射频功率/W	1550
采样深度/mm	5
蠕动泵流速/ (r/min)	40
采样模式	Peaking hopping
积分时间/s	0.1
重复测定次数/次	3
测定模式	动能歧视模式 (KED)

6.2.2 进样

采用在线内标加入法将内标工作溶液和检材样品溶液通过蠕动泵一并导入电感耦合等离子体质谱仪，按6.2.1的条件进样分析。

6.3 记录与计算

6.3.1 基本要求

记录检材样品、系列质量浓度的标准物质工作溶液中各待测元素和内标元素响应值，然后计算检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数）。32种元素的相关信息及方法的线性范围、检出限和定量限见附录A。

采用内标-工作曲线法或内标-单点校正法计算各待测元素的质量浓度（或质量分数）。采用内标-工作曲线法时，检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数）应在工作曲线的线性范围内。用内标-单点校正法时，检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数）应在标准物质工作溶液中待测元素的质量浓度的 $(100 \pm 50)\%$ 范围内。

6.3.2 内标-工作曲线法

系列质量浓度的标准物质工作溶液，按6.2.2的方法操作。以待测元素与内标元素的响应值之比(Y)为纵坐标、待测元素质量浓度为横坐标进行线性回归，得线性方程。

根据检材样品中待测元素及内标元素的响应值，按式(1)计算检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数， C ）。

$$C = \frac{Y - a}{b} \times m \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数），单位为纳克每毫升（ng/mL）或微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

Y ——检材样品中待测元素与内标元素的响应值之比；

a ——线性方程的截距；

b ——线性方程的斜率；

m ——检材样品稀释倍数。

6.3.3 内标-单点校正法

根据检材样品和添加样品中待测元素与内标元素的响应值之比，按式(2)计算检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数， C ）。

$$C = \frac{A \times c}{A'} \times m \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——检材样品中待测元素的质量浓度（或质量分数），单位为纳克每毫升（ng/mL）或微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

A ——检材样品中待测元素与内标元素的响应值之比；

A' ——标准物质工作溶液中待测元素与内标元素的响应值之比；

c ——标准物质工作溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

m ——检材样品稀释倍数。

6.3.4 计算相对相差

检材样品平行测定两份，相对相差按式(3)计算。

$$RD = \frac{|C_1 - C_2|}{C} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

RD ——相对相差；

C_1 、 C_2 ——两份检材样品中目标元素的质量浓度（或质量分数），单位为纳克每毫升（ng/mL）或微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

\bar{C} ——两份检材样品中目标元素的质量浓度（或质量分数）的平均值 $(C_1+C_2)/2$ ，单位为纳克每毫升（ng/mL）或微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）。

7 分析结果评价

两份检材样品中目标物质量浓度（或质量分数）的相对相差不超过20%，结果按两份检材样品的平均值计算，否则应重新测定。

附录 A

(资料性)

32 种元素的相关信息及方法的线性范围、检出限和定量限

A.1 32 种元素的相关信息及血液和尿液中元素检测方法的线性范围、检出限和定量限

32种元素的相关信息及血液和尿液中元素检测方法的线性范围、检出限和定量限见表A.1。

表A.1 32 种元素的相关信息及血液和尿液中元素检测方法的线性范围、检出限和定量限

元素 (符号)	英文名称	质量数 amu	内标元素	线性范围 ng/mL	检出限 ng/mL		定量限 ng/mL
					血液	尿液	
锂 (Li)	Lithium	7	⁶ Li	0.01~10	0.001	0.003	0.01
铍 (Be)	Beryllium	9	⁶ Li	0.01~50	0.0004	0.002	0.01
硼 (B)	Boron	11	⁶ Li	0.5~500	0.026	0.12	0.5
镁 (Mg)	Magnesium	24	⁷² Ge	5~10000	1	0.059	5
钙 (Ca)	Calcium	43	⁷² Ge	50~20000	21.8	4.64	50
钛 (Ti)	Titanium	47	⁷² Ge	0.05~100	0.01	0.017	0.05
钒 (V)	Vanadium	51	⁷² Ge	0.01~100	0.001	0.0007	0.01
铬 (Cr)	Chromium	53	⁷² Ge	0.05~100	0.02	0.008	0.05
锰 (Mn)	Manganese	55	⁷² Ge	0.05~50	0.01	0.016	0.05
铁 (Fe)	Iron	57	⁷² Ge	1~50000	0.4	0.49	1
钴 (Co)	Cobalt	59	⁷² Ge	0.005~10	0.002	0.0004	0.005
镍 (Ni)	Nickel	60	⁷² Ge	0.01~50	0.008	0.003	0.01
铜 (Cu)	Copper	63	⁷² Ge	0.5~100	0.1	0.011	0.5
锌 (Zn)	Zinc	66	⁷² Ge	1~2000	0.28	0.15	1
镓 (Ga)	Gallium	69	⁷² Ge	0.005~10	0.001	0.0005	0.005
砷 (As)	Arsenic	75	⁷² Ge	0.01~100	0.0016	0.011	0.01
硒 (Se)	Selenium	82	⁸⁹ Y	0.1~500	0.016	0.085	0.1
铷 (Rb)	Rubidium	85	⁸⁹ Y	0.005~200	0.0008	0.0009	0.005
锶 (Sr)	Strontium	88	⁸⁹ Y	0.05~50	0.017	0.004	0.05
锆 (Zr)	Zirconium	90	⁸⁹ Y	0.01~10	0.002	0.001	0.01
钼 (Mo)	Molybdenum	95	⁸⁹ Y	0.001~50	0.0004	0.0008	0.001
银 (Ag)	Silver	107	¹¹⁵ In	0.005~10	0.0014	0.002	0.005
镉 (Cd)	Cadmium	111	¹¹⁵ In	0.005~10	0.0006	0.0005	0.005
锑 (Sb)	Antimony	121	¹¹⁵ In	0.01~10	0.005	0.001	0.01
铯 (Cs)	Cesium	133	¹⁵⁹ Tb	0.001~5	0.0002	0.0001	0.001
钡 (Ba)	Barium	137	¹⁵⁹ Tb	0.01~50	0.005	0.006	0.01
金 (Au)	Gold	197	¹⁵⁹ Tb	0.01~10	0.002	0.004	0.01
汞 (Hg)	Mercury	202	¹⁵⁹ Tb	0.01~10	0.002	0.005	0.01
铊 (Tl)	Thallium	205	¹⁵⁹ Tb	0.001~10	0.0004	0.0002	0.001
铅 (Pb)	Lead	208	¹⁵⁹ Tb	0.05~100	0.011	0.008	0.05
钍 (Th)	Thorium	232	¹⁵⁹ Tb	0.001~10	0.0002	0.001	0.001
铀 (U)	Uranium	238	¹⁵⁹ Tb	0.001~100	0.0004	0.0003	0.001

A.2 32种元素的相关信息及头发中元素检测方法的线性范围、检出限和定量限

32种元素的相关信息及头发中元素检测方法的线性范围、检出限和定量限见表A.2。

表A.2 32种元素的相关信息及头发中元素检测方法的线性范围、检出限和定量限

元素(符号)	英文名称	质量数 amu	内标元素	线性范围 μg/g	检出限 μg/g	定量限 μg/g
锂(Li)	Lithium	7	⁶ Li	0.01~5	0.0005	0.005
铍(Be)	Beryllium	9	⁶ Li	0.01~50	0.0002	0.005
硼(B)	Boron	11	⁶ Li	0.5~50	0.013	0.25
镁(Mg)	Magnesium	24	⁷² Ge	5~20000	0.5	2.5
钙(Ca)	Calcium	43	⁷² Ge	50~20000	10.9	25.0
钛(Ti)	Titanium	47	⁷² Ge	0.05~50	0.005	0.025
钒(V)	Vanadium	51	⁷² Ge	0.01~200	0.0005	0.005
铬(Cr)	Chromium	53	⁷² Ge	0.05~200	0.01	0.025
锰(Mn)	Manganese	55	⁷² Ge	0.05~200	0.005	0.025
铁(Fe)	Iron	57	⁷² Ge	1~50000	0.2	0.5
钴(Co)	Cobalt	59	⁷² Ge	0.01~200	0.001	0.0025
镍(Ni)	Nickel	60	⁷² Ge	0.01~200	0.0044	0.005
铜(Cu)	Copper	63	⁷² Ge	0.5~200	0.05	0.25
锌(Zn)	Zinc	66	⁷² Ge	1~2000	0.14	0.5
镓(Ga)	Gallium	69	⁷² Ge	0.005~200	0.0012	0.0025
砷(As)	Arsenic	75	⁷² Ge	0.01~200	0.0008	0.005
硒(Se)	Selenium	82	⁸⁹ Y	0.1~2000	0.0078	0.05
铷(Rb)	Rubidium	85	⁸⁹ Y	0.005~200	0.0004	0.0025
锶(Sr)	Strontium	88	⁸⁹ Y	0.05~200	0.0087	0.025
锆(Zr)	Zirconium	90	⁸⁹ Y	0.01~50	0.001	0.005
钼(Mo)	Molybdenum	95	⁸⁹ Y	0.001~200	0.0002	0.0005
银(Ag)	Silver	107	¹¹⁵ In	0.005~200	0.0007	0.0025
镉(Cd)	Cadmium	111	¹¹⁵ In	0.005~200	0.0003	0.0025
锑(Sb)	Antimony	121	¹¹⁵ In	0.01~50	0.0025	0.005
铯(Cs)	Cesium	133	¹⁵⁹ Tb	0.001~50	0.0001	0.0005
钡(Ba)	Barium	137	¹⁵⁹ Tb	0.01~200	0.0026	0.005
金(Au)	Gold	197	¹⁵⁹ Tb	0.01~50	0.001	0.005
汞(Hg)	Mercury	202	¹⁵⁹ Tb	0.01~50	0.001	0.005
铊(Tl)	Thallium	205	¹⁵⁹ Tb	0.001~200	0.0002	0.0005
铅(Pb)	Lead	208	¹⁵⁹ Tb	0.05~200	0.0057	0.025
钍(Th)	Thorium	232	¹⁵⁹ Tb	0.001~200	0.0001	0.0005
铀(U)	Uranium	238	¹⁵⁹ Tb	0.001~200	0.0002	0.0005