



中华人民共和国国家标准

GB/T 24875—2010

畜禽粪便中铅、镉、铬、汞的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of lead, cadmium, chromium,
mercury contents in animal manure—
Inductively coupled plasma mass spectrometry method

2010-06-30 发布

2011-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国畜牧业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省畜牧环境质量检测中心。

本标准主要起草人：战余铭、刘学江、李俊玲、杨智国、赵金毅、李斌。



畜禽粪便中铅、镉、铬、汞的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了畜禽粪便中铅(Pb)、镉(Cd)、铬(Cr)、汞(Hg)的电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定方法。

本标准适用于畜禽粪便样品中 Pb、Cd、Cr、Hg 含量的测定。

本方法定量限：Pb、Cd、Cr、Hg 为 0.1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

样品经微波消解后，试样液引入等离子体质谱仪。对于一定质荷比的待测离子，质谱信号响应与进入质谱仪中的离子数成正比，通过测量质谱的信号计数来测定样品中元素的浓度。采用标准曲线法计算元素含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂，实验室用水符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.1 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=65\%$ 。

4.2 硝酸溶液：硝酸(4.1)+水=5+60。

4.3 标准储备溶液：Hg 使用市售有证单元素标准溶液，Pb、Cd、Cr 直接采用市售有证 ICP-MS 专用多元素标准溶液或使用市售有证单元素标准溶液。

4.4 标准工作溶液：取适量的标准储备溶液或各单标标准储备溶液(4.3)，用硝酸溶液(4.2)逐级稀释到相应的浓度，配制成下列浓度的混合标准工作溶液：Pb、Cd、Cr 为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，Hg 为 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 。现用现配。

4.5 混合在线内标溶液：钪(Sc)、铟(In)、铋(Bi)浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，硝酸溶液(4.2)介质。

4.6 质谱调谐液：仪器自备调谐液。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

5.2 微波消解系统，配有耐高温高压消解罐。

5.3 超纯水系统。

5.4 电子天平：感量 0.001 g。

5.5 高纯氩气：纯度不低于 99.99%。

5.6 移液器：量程 50 μL ~1 000 μL 。

5.7 样品粉碎设备：球磨机、粉碎机、0.25 mm 样品筛等。

6 试样制备

取经充分混匀有代表性样品不少于 500 g。样品经 65 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重后，粉碎或研磨，过 0.25 mm 样品筛。

7 测定步骤

7.1 消解

称取试样约 0.4 g，精确至 0.001 g，置于消解罐中，准确加入硝酸(4.1)8 mL，轻微摇晃浸润样品，拧紧瓶盖后，于 1 200 W 下升温：初温室温，5 min 内匀速升温至 120 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min；然后 5 min 内匀速升温至 160 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 3 min，再以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 180 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 15 min。冷却后，转移消解液于 50 mL 容量瓶中。冲洗消解罐并将洗涤液转移至容量瓶中，用水定容，混匀，静置备用。消解后的试样中如有不溶物质，要静置过夜或取部分离心至澄清。

7.2 仪器参考条件

- 功率(RF power):1 250 W~1 550 W。
- 采样深度(sampling depth):6.0 mm~10.0 mm。
- 载气流速(carrier-gas flow):0.65 L/min~1.20 L/min。
- 载气补偿气流速(make-up-gas flow):0 L/min~0.55 L/min。
- 样品提升速率(sampling rate):0.10 mL/min~0.40 mL/min。
- 积分时间(integration time):Hg、Cd 2.0 s,Cr、Pb 0.3 s。

7.3 标准曲线的绘制

准确吸取 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL 标准工作溶液(4.4)，于 6 个 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.2)稀释定容至刻度，混匀，其标准系列浓度 Cr、Pb、Cd 为：0 ng/mL、1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL；Hg 为：0 ng/mL、0.50 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、25.0 ng/mL。在线加入内标(4.5)，浓度由低到高进样检测，以信号计数-浓度作图，得到标准曲线回归方程。

7.4 测定

用调谐液(4.6)调节仪器的灵敏度、氧化物与双电荷干扰等指标，以满足测试要求。仪器稳定后，将试样液(7.1)引入等离子体质谱，在线加入内标(4.5)，得到各待测元素及内标元素的信号计数，根据待测元素与内标元素的强度比值，得到校正后的各待测元素的信号计数，由标准曲线查得样品中各元素的质量浓度。超过线性范围则应用硝酸溶液(4.2)稀释后再进样分析。

7.5 空白试验

进行双份空白试验，除不加试料外，采用完全相同的测定步骤进行平行测定。

8 结果计算

试料中各元素的含量以质量分数 X_i 计，单位以毫克每千克(mg/kg)表示，按式(1)计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_{0i}) \times V \times f}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- c_i ——经干扰校正后试样液中各元素的浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；
- c_{0i} ——经干扰校正后空白溶液中各元素的浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；
- V ——试样液体积，单位为毫升(mL)；

f ——试样液稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克(g)。

计算结果保留二位有效数字。

9 精密度

9.1 元素含量 ≤ 0.5 mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 30%，以大于这两个测定值的算术平均值的 30% 情况不超过 5% 为前提。

9.2 元素含量 > 0.5 mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%，以大于这两个测定值的算术平均值的 20% 情况不超过 5% 为前提。

附 录 A
(资料性附录)

待测元素分析物质量数、相应的内标物及其质量数

表 A.1 为待测元素分析物质量数、相应的内标物及其质量数。

表 A.1 分析物质量数、内标物及其质量数

元 素	分析物质量数 m/z	内标物及其质量数 m/z
Pb	208	Bi 209
Cd	111	In 115
Cr	53	Sc 45
Hg	202	Bi 209

