

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4363—2023

畜禽固体粪污中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的 测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of copper,zinc,arsenic,chromium,cadmium,lead,mercury in livestock
and poultry solid manure—Inductively coupled plasma mass spectrometry

2023-04-11 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



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。

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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会(SAC/TC 274)归口。

本文件起草单位：江西省农业技术推广中心。

本文件主要起草人：杨琳芬、符金华、李勇、徐国茂、徐田放、夏骏、吴科盛、李瑾瑾、樊晶、万文根。



畜禽固体粪污中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件描述了畜禽固体粪污中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定方法。
本文件适用于畜禽固体粪污中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的测定。

本文件的铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞定量限分别为 0.2 mg/kg、1.0 mg/kg、0.2 mg/kg、0.1 mg/kg、0.01 mg/kg、0.1 mg/kg、0.005 mg/kg。

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
GB/T 25169 畜禽粪便监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

畜禽固体粪污 livestock and poultry solid manure

畜禽养殖过程中产生的粪、尿、外漏饮水和冲洗水及少量散落饲料等组成的固态混合物。

注:一般指干物质(DM)含量 $\geq 15\%$ 的畜禽粪污。

4 原理

试样经微波消解后,用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)仪测定。以元素特定的质量数(质荷比, m/z)定性,待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度呈正比,外标法定量。

5 试剂或材料

警示:各种强酸应小心操作,稀释和取用需在通风橱中进行。
除非另有说明,仅使用优级纯试剂。

5.1 水:GB/T 6682,一级。

5.2 硝酸。

5.3 盐酸。

5.4 硝酸溶液:取 20 mL 硝酸,缓慢加入 980 mL 水中,混匀。

5.5 盐酸-硝酸混合溶液:硝酸+盐酸= 1+1,混匀,临用现配。

5.6 金(Au)溶液(1 000 mg/L)。

5.7 汞稳定剂溶液(2 mg/mL):取 2 mL 金(Au)溶液(5.6),用硝酸溶液(5.4)稀释到 1 000 mL,摇匀。

5.8 标准溶液:铜和锌浓度为 10 mg/mL;砷、铬、镉、铅和汞浓度为 1 mg/L。采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准溶液。

5.9 内标元素标准溶液:锗(Ge)、钪(Sc)、铟(In)和铋(Bi)浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 或多元素混合内标标准溶液,浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.10 混合标准中间溶液:精确移取铜、锌、砷、铬、镉和铅标准溶液(5.8)各 50 μL ,精确移取汞标准溶液(5.8)10 μL ,置于 50 mL 容量瓶中,用汞稳定剂溶液(5.7)稀释至刻度,摇匀,配置成铜、锌浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$,砷、铬、镉和铅浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$,汞浓度为 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准中间溶液。

5.11 内标元素工作溶液:取适量内标单元素或多元素内标溶液,用硝酸溶液(5.4)配制成合适浓度的溶液。

注:由于不同仪器采用的蠕动泵管内径有所不同,当在线加入内标时,需考虑使内标元素在样液中的浓度,样液混合后的内标元素参考浓度范围为 25 ng/mL ~100 ng/mL 。

5.12 混合标准系列工作溶液:取混合标准中间溶液适量(5.10),用汞稳定剂溶液(5.7)逐级稀释,浓度见附录 A。临用现配。

5.13 氩气(Ar):纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.14 氦气(He):纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

6.2 微波消解仪:配有 50 mL 聚四氟乙烯消解罐。

6.3 电子天平:感量 0.000 1 g。

注:所用的消解内罐、玻璃器皿容器等清洗干净后,再用 20%硝酸溶液浸泡 2 h,用去离子水冲洗干净,晾干后使用。

7 样品

按 GB/T 25169 制备畜禽固体粪污风干样品,经粗磨、细磨后,全部通过 0.25 mm 尼龙筛,混匀,备用。

8 试验步骤

8.1 试样溶液的制备

平行做 2 份试验。称取试样 0.2 g~0.5 g(精确到 0.000 1 g)于消解罐中,准确加入盐酸-硝酸混合溶液(5.5)4 mL~8 mL,轻微振荡摇动,使试样和消解液混合,旋紧罐盖,置微波消解仪器中消解。参考消解条件:10 min 由室温匀速升温到 120 $^{\circ}\text{C}$,保持 3 min,然后 5 min 内升温至 200 $^{\circ}\text{C}$,保持 20 min(不同仪器可能有差别)。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,将试样溶液转移至 50 mL 容量瓶,用少量硝酸溶液(5.4)冲洗内盖和消解罐,洗涤液并入容量瓶,用硝酸溶液(5.4)定容,混匀。消解后如有不溶物质,应静置或离心,取上清液备用。同时制备试样空白溶液。

8.2 仪器参考条件

8.2.1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件见表 1。

表 1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

参数名称	参数
射频功率	1 500 W
等离子体气流量	18 L/min
辅助气流量	1.2 L/min
载气流量	0.78 L/min
扫描次数	20
读数次数	1
重复次数	3
进样时间	120 s
样品延迟	15 s
冲洗	120 s
脉冲电压	1 000 V
碰撞池模式气体流量	3.5 L/min

8.2.2 元素分析参考条件

在质谱调谐通过后,各元素分析模式参考条件见表 2。

表 2 元素分析模式参考条件

序号	元素名称	元素符号	m/z	内标	分析模式
1	铜	Cu	63	Ge	KED
2	锌	Zn	66	Ge	KED
3	砷	As	75	Ge	KED
4	铬	Cr	52	Sc	KED
5	镉	Cd	111、114	In	KED
6	铅	Pb	206、207、208	Bi	KED
7	汞	Hg	202	Bi	KED
注:KED 为碰撞池模式。					

8.3 测定

按照上述仪器参考条件,调节电感耦合等离子体质谱仪至最佳工作分析状态,依次测定混合标准系列工作溶液(5.12)、空白溶液和试样溶液(8.1),同时导入内标元素工作溶液(5.11),测定待测元素和内标元素的信号响应值,以待测元素的浓度为横坐标,待测元素与内标元素质谱信号强度之比为纵坐标,绘制标准曲线。标准曲线线性相关系数 $r \geq 0.995$ 。试样溶液浓度应在标准曲线范围之内,若超出线性范围时,应将试样溶液用硝酸溶液(5.4)稀释后,重新测定。

9 试验数据处理

试样中各元素的含量以 ω_a 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算。

$$\omega_a = \frac{(C_i - C_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C_i ——试样溶液中待测元素浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);

C_0 ——空白溶液中待测元素浓度的数值,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

f ——试样溶液的稀释倍数。

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

10 精密度

当元素含量 ≤ 1 mg/kg 时,在重复性条件下,2 次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 20%。当元素含量为 1 mg/kg~50 mg/kg 时,在重复性条件下,2 次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 10%。当元素含量 ≥ 50 mg/kg 时,在重复性条件下,2 次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 15%。

附 录 A
(资料性)
混合标准系列工作溶液浓度

混合标准系列工作溶液浓度见表 A. 1。

表 A. 1 混合标准系列工作溶液浓度

序号	元素名称	元素符号	单位	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	铜	Cu	ng/mL	0	5	20	100	200	500
2	锌	Zn	ng/mL	0	5	20	100	200	500
3	砷	As	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
4	铬	Cr	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
5	镉	Cd	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
6	铅	Pb	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
7	汞	Hg	ng/mL	0	0.1	0.4	2	4	10