

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

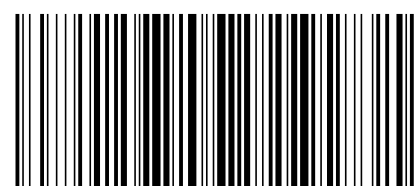


中华人民共和国国家标准

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



GB/T 24875—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40209

定价: 14.00 元

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
畜禽粪便中铅、镉、铬、汞的测定
电感耦合等离子体质谱法

GB/T 24875—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-40209 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

- 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 °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 °C,保持 3 min;然后 5 min 内匀速升温至 160 °C,保持 3 min,再以 10 °C/min 升至 180 °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);

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。