

# 团 体 标 准

T/CFIAS 6018—2025

---

## 饲料中铜、锌、铅、砷、铬和镉的测定 电感耦合等离子体质谱法

**Determination of copper, zinc, lead, arsenic, chromium and cadmium in  
feeds—Inductively coupled plasma mass spectrometry**

2025-8-1 发布

2025-9-1 实施

---

中国饲料工业协会 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。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：上海市兽药饲料检测所、浙江省兽药饲料监察所、帝斯曼维生素（上海）有限公司。

本文件主要起草人：张浩然、黄家莺、徐汀、黄士新、曹莹、商军、华贤辉、田恺、陶玉洁、张亦菲、陈洁、张进、袁璐、谢丽、阮鑫、肖平、刘霞、虞一聪。



# 饲料中铜、锌、铅、砷、铬和镉的测定

## 电感耦合等离子体质谱法

### 1 范围

本文件描述了饲料中铜（Cu）、锌（Zn）、铅（Pb）、砷（As）、铬（Cr）和镉（Cd）的电感耦合等离子体质谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、饲料原料和饲料添加剂中Cu、Zn、Pb、As、Cr和Cd的测定。

当称样质量为0.5 g，定容体积为200 mL时，Cu、Zn的检出限为0.4 mg/kg，定量限为5 mg/kg；As的检出限为0.015 mg/kg，定量限为0.2 mg/kg；Pb、Cr、Cd的检出限为0.004 mg/kg，定量限为0.05 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 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试样中的Cu、Zn、Pb、As、Cr和Cd经酸消解溶出，在一定酸性条件下，用电感耦合等离子体质谱仪检测，内标法定量。

### 5 试剂或材料

**警示 —— 硝酸的取用和稀释均在通风橱中进行。**

除非另有规定，仅使用优级纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 硝酸。

5.3 过氧化氢：质量浓度为30%。

5.4 稀硝酸溶液（2%，体积分数）：准确移取20 mL硝酸（5.2），加水稀释至1 000 mL，混匀。

5.5 标准储备溶液（1 000  $\mu\text{g/mL}$ ）：各元素均采用有证标准物质。

5.6 混合标准中间溶液：准确移取Cu、Zn标准储备溶液（5.5）各10 mL，Pb、As、Cr、Cd标准储备溶液（5.5）各1 mL于1 000 mL容量瓶中，用稀硝酸溶液（5.4）稀释定容，混匀，使Cu、Zn的质量浓度为10  $\mu\text{g/mL}$ ，Pb、As、Cr、Cd的质量浓度为1  $\mu\text{g/mL}$ 。储存于塑料瓶中，2℃~8℃下保存，有效期1个月。

5.7 混合标准系列工作溶液：参照附录A中的质量浓度要求，准确移取适量的标准储备溶液（5.5）和混合标准中间溶液（5.6）于容量瓶中，用稀硝酸溶液（5.4）稀释定容，混匀。临用现配。

5.8 内标工作溶液：锗（Ge）、钪（Sc）、铟（In）、铋（Bi）采用有证标准物质，用稀硝酸溶液（5.4）稀释制成质量浓度为1  $\mu\text{g/mL}$ 。临用现配。

5.9 微孔滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ ，水系。

5.10 氩气 (Ar)：纯度 $\geq 99.995\%$ 或液氩。

5.11 氦气 (He)：纯度 $\geq 99.995\%$ 。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)。

6.2 分析天平：精度为  $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

6.3 微波消解仪：带有配套的聚四氟乙烯消解罐。

6.4 粉碎机：刀头、刀片、腔体、筛网是钛合金或陶瓷材料制成的（不含铬）。

注：玻璃器皿和聚四氟乙烯消解罐均需用10%的硝酸溶液浸泡过夜，再用水冲洗干净。

## 7 样品

按GB/T 20195制备试样，至少200 g，粉碎使其全部通过0.425 mm孔径的分析筛，充分混匀，立即装入密闭容器中，避光保存，备用。

## 8 试验步骤

### 8.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样0.5 g（精确至 $0.000\ 1\ \text{g}$ ）于消解罐中，加入硝酸（5.2）8 mL及过氧化氢（5.3）2 mL，旋紧盖子，静置至少2 h，置于微波消解仪（6.2）中，按照微波消解仪的操作步骤进行消解（消解条件见表1），消解结束后，冷却至室温，将消解液转移至200 mL容量瓶中，用水冲洗消解罐3次，合并洗液于容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。微孔滤膜（5.9）过滤，备用。同时做空白试验。

表1 微波消解仪消解参考条件

步骤	控制温度 ℃	升温时间 min	维持时间 min	功率 W
1	120	6	5	2400
2	160	6	5	2400
3	180	2	30	2400

### 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2。

表2 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

名称	参数
射频功率	1550 W
等离子气流量	15 L/min
载气流量	1.05 L/min
雾化室温度	2 ℃
采样深度	8 mm
检测模式	He 模式
碰撞池气体流量	3.0 mL/min
扫描次数	20
重复次数	5
采集点数	3

## 8.2.2 元素分析参考条件见表3。

表3 元素分析参考条件

序号	待测元素	质荷比	内标元素	质荷比
1	Cu	63	Ge	72
2	Zn	66	Ge	72
3	Pb <sup>a</sup>	208	Bi	209
4	As	75	Ge	72
5	Cr	52	Sc	45
6	Cd	111	In	115
<sup>a</sup> Pb的测定需使用干扰校正方程 $[^{208}\text{Pb}] = [^{206}\text{Pb}] + [^{207}\text{Pb}] + [^{208}\text{Pb}]$ 。				

## 8.3 测定

在仪器的最佳条件下，在线加入内标工作溶液（5.8），依次测定混合标准系列工作溶液（5.7）、空白试验溶液和试样溶液（8.1），得到待测元素及内标元素的响应值，以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素响应值之比为纵坐标，绘制标准工作曲线，其相关系数不低于0.99。试样溶液中待测元素与内标元素响应值之比应在标准工作曲线线性范围之内，若超出线性范围，应将试样溶液用稀硝酸溶液（5.4）稀释后，重新测定。

## 9 试验数据处理

试样中各元素含量 $w_i$ 以质量分数计，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（1）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中：

- $\rho_i$  ——试样溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- $\rho_0$  ——空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- $V$  ——消解液的定容体积，单位为毫升（mL）；
- $f$  ——超出线性范围后，试样溶液稀释倍数；
- $m$  ——试样质量，单位为克（g）；
- 1000 ——换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

## 10 精密度

在重复性条件下，若待测元素含量小于1 mg/kg，两次独立测定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%；若待测元素含量不小于1 mg/kg，两次独立测定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%。

附 录 A  
(资料性)

各元素标准溶液系列质量浓度

各元素标准溶液系列质量浓度见表A.1。

表 A.1 混合标准系列溶液中各元素的质量浓度

序号	元素	单位	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6	系列 7	系列 8
1	Cu	ng/mL	0	1.25	12.5	50	250	500	1000	2000
2	Zn	ng/mL	0	1.25	12.5	50	250	500	1000	2000
3	Pb	ng/mL	0	0.125	1.25	5	25	50	100	200
4	As	ng/mL	0	0.125	1.25	5	25	50	100	200
5	Cr	ng/mL	0	0.5	1.25	5	25	50	100	200
6	Cd	ng/mL	0	0.125	1.25	5	25	50	100	200



