

前 言

本标准的全部技术内容为推荐性的。

本标准从 GB 14924—1994《实验动物 全价营养饲料》中分离出来,形成独立的标准。

本标准对 GB 14924—1994《实验动物 全价营养饲料》中“4 试验方法”进行充分的论证后修订了配合饲料中矿物质和微量元素的测定方法,即配合饲料中铁,铜,锰,锌,镁的测定方法及配合饲料中钾、钠的测定方法(本次修订增补的方法)、硒的测定方法(本次修订增补的方法)和碘的测定方法(新增加方法)。

本标准及其配套标准自实施之日起,代替 GB 14924—1994。

本标准由中华人民共和国科学技术部提出并归口。

本标准起草单位:中国实验动物学会。

本标准主要起草人:周瑞华、门建华、王光亚、郑陶、张瑜、刘源、刘秀梅。

本标准由国家科学技术部委托中国实验动物学会负责解释。

本标准于 1994 年 1 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

实验动物 配合饲料 矿物质和微量元素的测定

GB/T 14924.12—2001

Laboratory animals—Formula feeds
—Determination of minerals and trace elements

代替 GB 14924 1994

1 范围

本标准规定了实验动物配合饲料中矿物质和微量元素的测定方法,即铁、铜、锰、锌、镁、钠、钾、硒、碘的测定方法。

本标准适用于实验动物小鼠、大鼠、兔、豚鼠、地鼠、犬、猴配合饲料及其原料中铁、铜、锰、锌、镁、钠、钾、硒、碘的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5009.13—1996 食品中铜的测定方法

GB/T 5009.14—1996 食品中锌的测定方法

GB/T 12396—1990 食物中铁、镁、锰的测定方法

GB/T 12397—1990 食物中钾、钠的测定方法

GB/T 12399—1996 食品中硒的测定

GB/T 13883—1992 饲料中硒的测定方法 2,3-二氨基萘荧光法

GB/T 13885—1992 饲料中铁、铜、锰、锌、镁的测定方法 原子吸收光谱法

3 测定方法

3.1 配合饲料中铁、铜、锰、锌、镁的测定方法

按 GB/T 13885、GB/T 12396、GB/T 5009.13、GB/T 5009.14 中相关规定执行。

3.2 配合饲料中钾、钠的测定方法

按 GB/T 12397 规定执行。

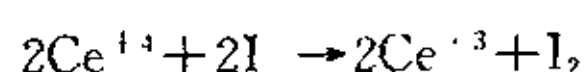
3.3 配合饲料中硒的测定方法

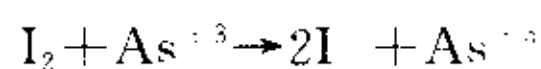
按 GB/T 12399、GB/T 13883 中相关规定执行。

3.4 配合饲料中碘的测定方法

3.4.1 原理

砷铈接触法是利用在酸性环境中碘对亚砷酸与硫酸铈氧化还原反应的催化作用来测定碘含量:





由于 Ce^{4+} 氧化碘离子成元素碘,而元素碘被 As^{3+} 还原成碘离子,如此反复直至 As^{3+} 、 Ce^{4+} 全部消耗为止。当反应条件加以控制时,则反应速度与碘离子浓度成一定数值关系,碘离子越多反应速度越快,根据硫酸铈的退色程度进行比色定量分析,从而测定出碘的含量。本方法最低检出限为 $0.001 \mu\text{g}$ 。

3.4.2 试剂

本试验所用试剂规格为分析纯以上,水为去离子水,其电阻率需在 200 万欧姆以上。

3.4.2.1 硫酸锌(0.44 mol/L):称取 100 g 硫酸锌溶于少量水中,待完全溶解后移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻度。

3.4.2.2 氢氧化钠(0.5 mol/L):称取 20g 氢氧化钠溶于少量水中,待完全溶解后移入 1 L 容量瓶中,加水稀释至刻度。

3.4.2.3 碳酸钾溶液(2.17 mol/L):称取 30 g 碳酸钾溶于少量水中,待完全溶解后移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

3.4.2.4 亚砷酸溶液(0.005 mol/L):准确称取三氧化二砷 0.986 g,溶于温热的 15 mL 0.5 mol/L 氢氧化钠中,将此液加入 850 mL 水,加入优级纯浓硫酸 39.6 mL,浓盐酸 20 mL,冷却后移入 1 L 容量瓶,加水至 1 000 mL。

3.4.2.5 硫酸铈(0.02 mol/L):称取硫酸铈 8.087 g,溶于去离子水中,加优级纯浓硫酸 44 mL,冷却后定容至 1 000 mL。

3.4.2.6 碘标准溶液:

3.4.2.6.1 碘标准储备液(0.1 mg/mL):准确称取在 110°C 烘至恒重的碘酸钾 0.168 6 g 用少量水溶解后移入容量瓶,并定容至 1 000 mL。

3.4.2.6.2 碘标准中间液($1 \mu\text{g/mL}$):准确吸取 1 mL (3.6.1) 溶液定容至 100 mL。

3.4.2.6.3 碘标准应用液($0.1 \mu\text{g/mL}$):准确吸取 1 mL (3.6.2) 溶液定容至 10 mL。用时现配。

3.4.2.7 氯化钠(4.4 mol/L):称取优级纯氯化钠 26 g,溶解后定容至 100 mL。

3.4.3 仪器与设备

3.4.3.1 超级恒温水浴。

3.4.3.2 马福炉。

3.4.3.3 烤箱。

3.4.3.4 离心机。

3.4.3.5 秒表。

3.4.3.6 分光光度计。

3.4.3.7 坩埚。

3.4.4 操作步骤

3.4.4.1 称取适量样品放入坩埚中,加入 0.44 mol/L 硫酸锌 0.5 mL, 2.17 mol/L 碳酸钾 0.5 mL 混匀后放置 1 h,然后置于 110°C 烤箱中,烤 14~16 h,直至完全干燥。

3.4.4.2 将坩埚置于灰化炉中 550°C 灰化 4~8 h,灰化后的样品必须无明显炭粒,呈灰白色,如仍有炭粒,可加一至二滴水再于 110°C 烤箱中烤干后,进行第二次灰化,直至呈灰白色。

3.4.4.3 加 5 mL 亚砷酸溶液溶解坩埚内的样品,溶液应无炭粒悬浮,将液体移入离心管中 $3\,000 \text{ r/min}$ 离心 5 min,取上清液。

3.4.4.4 在 6 支标准系列管中依次加入 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL 碘标准应用液,相当 0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10 μg 碘。在样品管中加入适量样品液,在标准管和样品管中分别加入亚砷酸溶液,使管中溶液总体积为 5 mL,然后均加入 4.44 mol/L 氯化钠 0.5 mL。

3.4.4.5 将以上各管摇匀后,置于 $(32 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中,同时将 0.02 mol/L 硫酸铈溶液一并保温 10 min。

3.4.4.6 每隔 30 s 将 0.5 mL 0.02 mol/L 硫酸铈加入测试管中,迅速摇匀,放回水浴,在第一管加入硫酸铈溶液 15 min 后每隔 30 s 比色一管,分光光度计波长 410 nm 比色,用去离子水调仪器零点,测定标准系列管和样品管吸光度值。

3.4.5 计算

根据反应原理,在反应中碘离子的催化作用和碘化物含量成正比关系,在半对数坐标中呈直线。故在分析结果的计算中采用标准曲线回归法计算、分析结果,在回归前应将曲线直线化。将碘浓度及相对应的吸光度值的对数求得直线回归方程,根据样品吸光度值的对数查出各测定管的碘含量,见公式(1)。

$$\log Y = -Bc + \log A \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: $\log Y$ ——测定样品的吸光度的对数值;

c ——测定样品管中的碘含量, μg ;

B ——曲线的斜率;

$\log A$ ——曲线的截距。

根据式(2)计算样品中的碘浓度:

$$X = \frac{f \times (c - c_0)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——测定样品中的碘浓度, $\mu\text{g}/100\text{ g}$;

c ——测定样品管中的碘含量, μg ;

c_0 ——试剂空白液的碘含量, μg ;

f ——稀释倍数;

m ——样品质量, g 。

3.4.6 结果的允许误差

同一实验室平行测定或重复测定结果相对偏差 $\leq 10\%$ 。