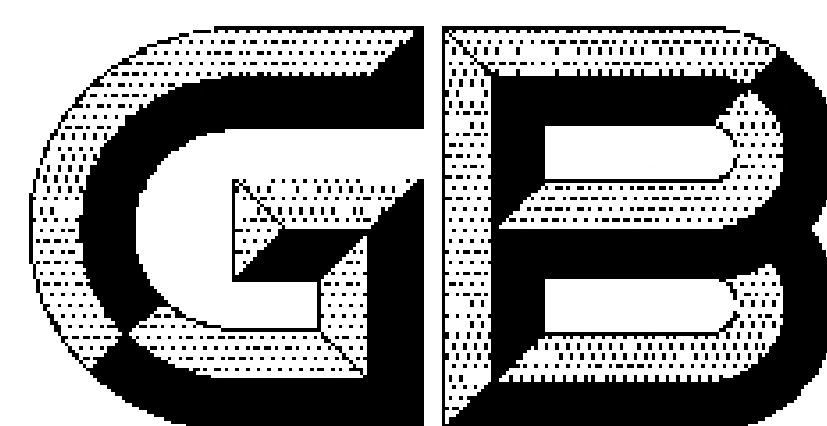




中华人民共和国国家标准

GB/T 13080—2018
代替 GB/T 13080—2004

饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

Determination of lead in feeds—Atomic absorption spectrometry

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13080—2004《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》。

本标准与 GB/T 13080—2004 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 增加了火焰原子吸收光谱法的定量限(见第 1 章);
- 修改了干灰化法的表述(见 7.1.1.1,2004 年版的 7.1.1);
- 增加了扣背景的要求(见 7.1.2);
- 修改了试验数据处理公式(见 7.1.4,2004 年版的 8.1);
- 修改了精密度的要求(见 7.1.5,2004 年版的 8.3);
- 增加了石墨炉原子吸收光谱法(见 7.2)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:四川省饲料工作总站[农业部饲料质量监督检验测试中心(成都)]。

本标准主要起草人:李云、曾晓芳、孟凡翠、郝群华、赵立军、林顺全、张静、程传民。

本标准历次版本发布情况为:

- GB/T 13080—1991、GB/T 13080—2004。



饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了测定饲料中铅的火焰原子吸收光谱法和石墨炉原子吸收光谱法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料、精料补充料和饲料原料中铅的测定。

当取样量 5 g,定容体积为 50 mL 时,火焰原子吸收光谱法的定量限为 2 mg/kg;当取样量 1 g,定容体积为 10 mL 时,石墨炉原子吸收光谱法的定量限为 100 µg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6819—2004 溶解乙炔

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

试样经干灰化、酸溶或湿消化后,使铅溶出,用原子吸收光谱仪在 283.3 nm 处测定吸光度值,并与标准曲线进行比较定量。

4 试剂或材料

警示——各种强酸应小心操作,稀释和取用均应在通风橱中进行。

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。试验中所用的试剂和溶液,均按 GB/T 602 的规定制备。

4.1 水:GB/T 6682 中的一级水。

4.2 硝酸:优级纯。

4.3 高氯酸:优级纯。

4.4 氢氟酸。

4.5 盐酸溶液(0.6 mol/L):量取 5 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.6 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.7 硝酸溶液(0.5 mol/L):量取 3.6 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.8 硝酸溶液(6 mol/L):量取 43 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.9 磷酸二氢铵溶液(10.0 mg/mL):称取磷酸二氢铵 1.0 g,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

4.10 硝酸镁溶液(0.6 mg/mL):称取硝酸镁 60.0 mg,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

4.11 铅标准储备溶液(1.0 mg/mL):准确称取 1.598 g 硝酸铅[Pb(NO₃)₂],加入 10 mL 硝酸溶液

(4.8) 全部溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释定容至刻度,混匀。贮存于聚四氟乙烯瓶中,4 ℃ 保存,有效期为 6 个月。或购置有证标准物质配制相应浓度。

4.12 铅标准中间溶液(10.0 μg/mL):准确移取 1.00 mL 铅标准储备溶液(4.11)于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。临用现配。

4.13 铅标准工作溶液(100 ng/mL):准确移取 1.00 mL 铅标准中间溶液(4.12)于 100.0 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.7)稀释定容至刻度,混匀。临用现配。

4.14 乙炔:符合 GB 6819—2004 中 3.1 的要求。

5 仪器设备

5.1 原子吸收分光光度计:附火焰或/和石墨炉原子化器,铅的空心阴极灯。

5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.3 马福炉:550 ℃±15 ℃。

5.4 无灰(不释放矿物质的)滤纸。

5.5 瓷坩埚:内层光滑没有被腐蚀,使用前用盐酸溶液(4.5)煮 2 h,用水冲洗干净。

5.6 可调式电热板或可调式电炉。

5.7 平底柱型聚四氟乙烯坩埚:60 cm³,在使用前用盐酸溶液(4.5)浸泡过夜,用水冲洗干净。

5.8 玻璃器皿:在使用前用盐酸溶液(4.5)浸泡过夜,用水冲洗干净。

6 样品

依照 GB/T 14699.1 进行饲料采样,并按 GB/T 20195 制备试样,粉碎,过 1 mm 尼龙筛,混匀装入密闭容器中,备用。

7 试验步骤

7.1 火焰原子吸收光谱法

7.1.1 试样处理

7.1.1.1 干灰化法

适用于含有机物较多的饲料原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料。

平行做两份试验。称取试样 5 g(精确到 0.000 1 g)于瓷坩埚中。在 100 ℃~300 ℃可调式电炉上缓慢加热使试样炭化至无烟产生,将坩埚移入 550 ℃的马福炉中灰化 2 h~4 h,冷却后用 2 mL 水将炭化物润湿。如果仍有少量炭粒,可滴入硝酸溶液(4.8)使残渣润湿,将坩埚移至可调式电热板或可调式电炉上小火干燥,再移至马福炉中灰化 2 h,冷却后,沿坩埚壁加 2 mL 水。

吸取 5 mL 盐酸溶液(4.6),逐滴加入到坩埚中,边加边转动坩埚,直到溶液无气泡溢出,然后将剩余盐酸溶液全部加入,再加入 5 mL 硝酸溶液(4.8),转动坩埚并用可调式电热板或可调式电炉小火加热直到消化液至 2 mL~3 mL(注意防止溅出),取下。冷却后,用水将消化液转移至 50 mL 容量瓶中,加少许水多次冲洗坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,用无灰滤纸过滤,待用。同时制备试剂空白溶液。

7.1.1.2 高氯酸消化法

警示——使用高氯酸时注意不要烧干,小心爆炸。

适用于含有机物质的添加剂预混合饲料。

平行做两份试验。称取 1 g 试样(精确至 0.000 1 g)于聚四氟乙烯坩埚中,加水湿润样品,加入 10 mL 硝酸(含硅酸盐较多的样品需再加入 5 mL 氢氟酸),放置在通风橱里静置 2 h 后,加入 5 mL 高氯酸,在温度低于 250 ℃的可调式电炉上小火加热消化,待消化液冒白烟为止,取下。冷却后,用水转移至 50.0 mL 容量瓶中,加少许水多次冲洗坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,用无灰滤纸过滤,待用。同时制备试剂空白溶液。

7.1.1.3 盐酸溶解法

适用于不含有机物质的添加剂预混合饲料。

平行做两份试验。依据预期含量,称取 1 g~5 g 试样(精确到 0.000 1 g)于瓷坩埚中,加 2 mL 水将试样润湿,吸取 5 mL 盐酸溶液(4.6),逐滴加入到坩埚中,边加边转动坩埚,直到溶液无气泡溢出,然后将剩余盐酸溶液全部加入,再加入 5 mL 硝酸溶液(4.8),将坩埚移至可调式电炉小火加热消化,直到消化液至 2 mL~3 mL(注意防止溅出),取下。冷却后,用水转移至 50.0 mL 容量瓶中,加少许水多次冲洗坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,用无灰滤纸过滤,待用。同时制备试剂空白溶液。

7.1.2 标准曲线绘制

将仪器设置为扣背景模式。分别吸取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL 铅标准中间溶液(4.12)于 50.0 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(4.6)1 mL,用水定容至刻度,摇匀,导入原子吸收分光光度计。用水调零,在 283.3 nm 波长处测定吸光度值,以吸光度值为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

7.1.3 测定

在相同试验条件下,测定试剂空白和试样溶液的吸光度值,并与标准曲线进行比较定量。

7.1.4 试验数据处理

试样中铅的含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——试样溶液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 ——空白试剂中铅的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

以两个平行样品测定结果的算术平均值报告结果,结果应表示至小数点后两位。

7.1.5 精密度

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果之间的相对偏差应符合表 1 要求。

表 1 火焰原子吸收光谱法试验允许相对偏差

铅含量范围/(mg/kg)	分析允许相对偏差/%
≤5	≤20
5~15	≤15
15~30	≤10
≥30	≤5

7.2 石墨炉原子吸收光谱法(仲裁法)

7.2.1 试样溶解

平行做两份试验。称取试样 1.0 g(精确到 0.000 1 g)于瓷坩埚中,在 100 ℃~300 ℃可调式电热板或可调式电炉上缓慢加热使试样炭化至无烟产生,将坩埚移至 550 ℃的马福炉中灰化 4 h~6 h,取出坩埚冷却至室温。

吸取 5 mL 硝酸溶液(4.8)逐滴加入到坩埚中,边加边转动坩埚,直到溶液无气泡溢出,然后将剩余硝酸溶液全部加入。然后将瓷坩埚移至可调式电热板或可调式电炉小火加热消化,直到消化液至 2 mL~3 mL(注意防止溅出)取下。冷却后,用水转移至 10 mL 容量瓶中,加少许水多次冲洗坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,用无灰滤纸过滤,待用。同时制备试剂空白溶液。

7.2.2 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态,参考条件见表 2。

表 2 石墨炉原子吸收光谱法仪器条件参数

仪器工作条件	参数
波长	283.3 nm
狭缝宽度	0.2 nm~1.0 nm
灯电流	5 mA~7 mA
干燥温度/时间	120 ℃/60 s
灰化温度/时间	850 ℃/20 s
原子化温度/时间	1 700 ℃/5 s~2 300 ℃/5 s
清洁温度/时间	2 500 ℃/20 s
背景校正	塞曼扣背景

7.2.3 标准曲线绘制

分别准确移取适量体积的铅标准工作溶液(4.13),配制成浓度为 0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、30 μg/L、40 μg/L、50 μg/L 的铅标准系列溶液,分别移取 10 μL 注入石墨炉,加入 5 μL 磷酸二氢铵溶液(4.9)和 5 μL 硝酸镁溶液(4.10)。用硝酸溶液(4.7)调零,在 283.3 nm 波长处测定标准系列溶液的吸光度值。以吸光度值为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。如果试样溶液的浓度超出标准曲线的范围,可用硝酸溶液(4.7)稀释到线性范围内测定。

注:带有自动进样的仪器,可用自动进样器完成标准系列溶液的配制和试样溶液的稀释。

7.2.4 试样溶液测定

在相同的试验条件下,向石墨炉注入 10 μL 试样溶液,5 μL 磷酸二氢铵溶液(4.9)和 5 μL 硝酸镁溶液(4.10),测定其吸光度值,与标准曲线进行比较定量。

7.2.5 试验数据处理

试样中铅的含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times V}{m \times 1\,000}$$

.....(2)

式中：

ρ_1 ——试样溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；

ρ_2 ——空白试剂中铅的质量浓度，单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；

V ——试样溶液总体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样质量，单位为克(g)；

1 000——单位换算系数。

以两个平行样品测定结果的算术平均值报告结果，结果应表示至小数点后两位。

7.2.6 精密度

在重复性条件下，获得的两次独立测定结果之间的相对偏差应符合表 3 要求。

表 3 石墨炉原子吸收光谱法试验允许相对偏差

铅含量范围/(mg/kg)	分析允许相对偏差/%
≤ 5	≤ 20
5~10	≤ 15
≥ 10	≤ 10