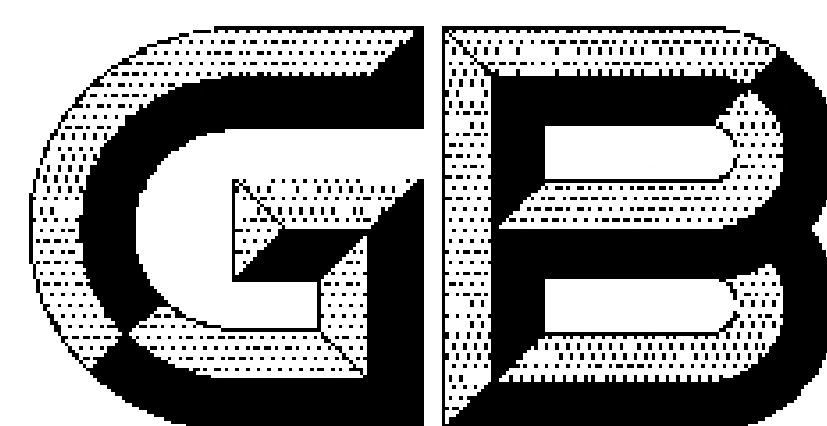




中华人民共和国国家标准

GB/T 18633—2018
代替 GB/T 18633—2002

饲料中钾的测定 火焰光度法

Determination of potassium in feeds—Flame photometry

2018-05-14 发布

2018-12-01 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 18633—2002《饲料中钾的测定 火焰光度法》。

本标准与 GB/T 18633—2002 相比,主要技术变化如下:

- 完善了标准的适用范围为“饲料产品为配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料”(见第 1 章,2002 年版第 1 章);
- 增加了“定量限为 200 mg/kg”(见第 1 章);
- 修改了采样和试样制备的方法(见第 6 章,2002 年版第 6 章);
- 修改了计算公式的表述,并且将“结果表示到小数点两位”修改为“结果保留三位有效数字”(见第 8 章,2002 年版第 8 章);
- 修改了第 9 章的标题及其内容(见第 9 章,2002 年版第 9 章)。

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:国粮武汉科学研究设计院有限公司[国家饲料质量监督检验中心(武汉)]。

本标准主要起草人:王思思、黄逸强、杨林、姚亚军、高俊峰、程科、黄婷、何一帆、王峻。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18633—2002。

饲料中钾的测定 火焰光度法

1 范围

本标准规定了饲料中钾含量测定的火焰光度法。
本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中钾的测定。
本标准方法的检出限为 2.00 mg/kg,定量限为 200 mg/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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 14699.1 饲料 采样
GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

用干法灰化饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料,在酸性条件下溶解残渣,定容制成试样溶液;用酸浸提法处理添加剂预混合饲料,定容制成试样溶液,将试样溶液导入火焰光度计中,经火焰原子化后测定其在 766.5 nm 处钾的发射强度,并与对应标准曲线的发射强度比较,计算饲料中钾的含量。

4 试剂或材料

除非另有说明,本标准所有试剂均为分析纯和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

- 4.1 盐酸:优级纯。
- 4.2 硝酸溶液(1+1)。
- 4.3 盐酸溶液(1+1)。
- 4.4 盐酸溶液(1+10)。
- 4.5 盐酸溶液(1+100)。
- 4.6 钾标准溶液。
 - 4.6.1 钾标准储备溶液(1 000 µg/mL):有证标准物质钾单元素标准溶液或多元素混标溶液。
 - 4.6.2 钾标准中间溶液:取钾标准储备溶液(4.6.1)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.4)稀释定容、摇匀,储存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 相当于 50.0 µg 的钾。
 - 4.6.3 钾标准工作溶液:取钾标准中间溶液(4.6.2)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.5)定容配成 0.00 µg/mL、0.50 µg/mL、1.00 µg/mL、1.50 µg/mL、2.00 µg/mL、2.50 µg/mL 的标准工作溶液。
- 4.7 分样筛:孔径为 0.45 mm。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.2 高温炉:可控温度在 500 ℃±20 ℃。
- 5.3 瓷坩埚:50 mL。
- 5.4 调温电炉。
- 5.5 火焰光度计或带火焰光度的原子吸收分光光度计。
- 5.6 离心机:转速大于 5 000 r/min。
- 5.7 磁力搅拌器。

6 采样和试样制备

按 GB/T 14699.1 的规定,抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取样,按 GB/T 20195 制备试样。粉碎至全部过 0.45 mm 孔筛(4.7),混匀装于密封容器,备用。

7 分析步骤

7.1 提取

7.1.1 饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料试样的处理

称取约 1 g~2 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 50 mL 瓷坩埚(5.3)中,调温电炉(5.4)上小火炭化,500 ℃高温炉(5.2)中灰化 2 h,若仍有少量炭粒,可滴入硝酸溶液(4.2)使残渣润湿,继续于 500 ℃高温炉(5.2)中灰化至无炭粒,取出冷却,向残渣中滴入少量水,润湿,再加入 10 mL 盐酸溶液(4.3),并加水至 15 mL,煮沸 2 min~3 min 后放冷,转移至适当体积的容量瓶中定容,过滤,得试样溶液,备用。同时制备试样空白溶液。

7.1.2 添加剂预混合饲料试样处理

称取 1 g~3 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 100.0 mL 盐酸溶液(4.4),用磁力搅拌器(5.7)搅拌提取 30 min,再用离心机(5.6)以 5 000 r/min,离心分离 5 min,取其上层清液为试样溶液;或于搅拌提取后,取干过滤所得溶液作为试样溶液,同时制备试样空白溶液。

7.2 测定

分别取适量的钾标准工作溶液(4.6.3)和试样溶液(7.1)导入火焰光度计(5.5),在波长 766.5 nm 处测定其发射强度,同时测定试样空白溶液发射强度。待测样液中钾的发射强度应在标准曲线范围内,超出标准曲线范围则应重新调整后再进行测定,由标准曲线求出试样溶液中钾的含量。

8 试验数据处理

试样中钾的含量 X ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_2 - c_1) \times V \times N}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c_2 ——标准曲线上查得的测定试样溶液中钾的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

c_1 ——标准曲线上查得的试样空白溶液中钾的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

N ——稀释倍数；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

9 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。
