

饲料中铜、锌、铁、锰、钙、磷、钠、镁、 铅、铬、镉和砷含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of copper,zinc,iron,manganese,calcium,
phosphorus,sodium,magnesium,lead,chromium,cadmium and arsenic in feeds
-method using inductively coupled plasma optical emission spectrometry

地方标准信息服务平台

2018 - 10 - 30 发布

2018 - 11 - 30 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由辽宁省畜牧兽医局提出并归口。

本标准起草单位：辽宁省兽药饲料畜产品质量安全检测中心。

本标准主要起草人：侯广正、陈玉艳、于家丰、田晓玲、杨慧杰、张天姝、纪源、张秀芹。

地方标准信息服务平台

饲料中铜、锌、铁、锰、钙、磷、钠、镁、铅、铬、镉和砷含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体发射光谱仪测定饲料中铜、锌、铁、锰、钙、磷、钠、镁、铅、铬、镉和砷含量的方法。

本标准适用于动植物性饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料和精料补充料中铜、锌、铁、锰、钙、磷、钠、镁、铅、铬、镉和砷含量的测定。

本标准定量限：钙、磷、钠和镁为5.0 mg/kg；铜、锌、铁和锰为1.0 mg/kg；铅、铬和镉为0.1 mg/kg，砷为0.2 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，仅所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/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

试样消解后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，以元素的特征波长定性，依据元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量。

4 试剂或材料

试验用水符合GB/T 6682一级水的要求。

4.1 硝酸，优级纯。

4.2 高氯酸，优级纯。

4.3 2%硝酸溶液：量取 20 mL 硝酸（4.1），用水稀释至 1000 mL。

4.4 50%硝酸溶液：量取 500 mL 硝酸（4.1），用水稀释至 1000 mL。

4.5 硝酸-高氯酸混合酸（9+1）：量取 50 mL 高氯酸（4.2）加入到 450 mL 硝酸（4.1）中。

4.6 单元素标准溶液：质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ ，按 GB/T 602 配制。建议使用经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准贮备液。

4.7 多元素混合标准贮备溶液（I）：分别吸取铜、锌、铁、锰、钙、磷、钠、镁的单元素标准溶液（4.6）各 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（4.3）稀释定容至刻度，摇匀，配置成浓度均为 50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准贮备溶液，储存于聚乙烯瓶中，于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存，有效期 3 个月。

4.8 多元素混合标准贮备溶液(II): 分别吸取铅、镉、铬和砷单元素标准溶液(4.6) 1.00 mL于200 mL容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释定容至刻度,摇匀,配置成浓度均为5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准贮备溶液,储存于聚乙烯瓶中,于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存,有效期3个月。

4.9 混合标准工作溶液: 根据需要分别吸取相应体积的多元素混合标准贮备溶液(I)(4.7)和多元素混合标准贮备溶液(II)(4.8)于同一个100 mL容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀,配置成浓度合适的工作曲线。铜、锌、铁、锰、钙、磷、钠、镁元素的浓度范围为0.10 $\mu\text{g/mL}$ ~10.0 $\mu\text{g/mL}$,铅、镉、铬和砷元素的浓度范围为0.01 $\mu\text{g/mL}$ ~1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。现用现配。

5 仪器设备

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。
- 5.2 分析天平: 感量,0.1 mg。
- 5.3 标准筛: 孔径为0.425 mm。
- 5.4 高温电阻炉: 温度能控制在500 $^{\circ}\text{C}$ \pm 20 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.5 可调式电热板。
- 5.6 可调式电炉。
- 5.7 高纯氩气: 纯度 \geq 99.996%。
- 5.8 瓷坩埚: 使用前用硝酸溶液(4.4)浸泡过夜。
- 5.9 超纯水制备系统。

6 样品

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。在运输和贮存过程中避免发生损坏、变质和污染。

按GB/T 20195的规定制备试样。粉碎至全部通过0.425 mm孔径的标准筛,混匀装入密封容器中,干燥条件下保存、备用。

7 试验步骤

7.1 试样处理

7.1.1 干灰化法(不适用砷元素)

准确称取3~5 g试样(精确到0.1 mg)放入坩埚中,缓慢加热炭化至无烟。将坩埚转入预热15分钟以上的高温电阻炉中500 $^{\circ}\text{C}$ 灰化6 h。若灰化不彻底,则可在样品冷却后滴加数滴硝酸溶液(4.4),在电热板上低温蒸干后,重新置入高温电阻炉中继续灰化,直至样品全部变成灰白色为止,冷却至室温。

坩埚从高温电阻炉中取出,加入2 mL水,用10 mL硝酸溶液(4.4)溶解残渣,开始一滴一滴缓慢加入,直到不冒泡,然后快速加入。在电炉上加热直到内容物近乎干燥,加热期间避免内容物溅出。用5 mL硝酸溶液(4.4)加热溶解残渣,冷却后将溶液全部转移至50 mL容量瓶中,用水洗涤坩埚,合并洗液并定容,然后用定量滤纸过滤。同时做试剂空白试验。

7.1.2 湿法消解(仅适用于砷元素)

准确称取2~3 g试样(精确到0.1 mg)于100 mL三角瓶中,加入混合酸(4.5) 30 mL,盖上表面皿,浸泡过夜。次日置于可调式电热板上,于180 $^{\circ}\text{C}$ 加热消解,并观察。当消解液呈少量但仍有未分解物或

深色不溶物时，取下三角瓶放冷，补加硝酸（4.1）5 mL~10 mL，继续消化，反复操作，直至冒白烟，消解液呈无色透明或淡黄色，取下放冷。补加2 mL硝酸溶液（4.4），将消解液全部转移至50 mL容量瓶中，用水多次洗涤三角瓶，洗液合并于容量瓶中，加水至刻度，混匀。用定量滤纸过滤。同时做试剂空白试验。

7.2 测定

7.2.1 推荐 ICP-OES 仪器参考条件

射频功率：1300 W。

等离子体气流：15.0 L/min。

辅助气流：0.2 L/min。

雾化气流：0.8 L/min。

等离子体稳定时间：15 min。

进样延时：30 s。

读数次数：3次。

各元素推荐使用的分析谱线波长见表1。

表1 分析谱线波长

元素	元素波长 (nm)	元素	元素波长 (nm)	元素	元素波长 (nm)
铜 (Cu)	327.393	钙 (Ca)	317.933	铅 (Pb)	220.353
锌 (Zn)	206.200	磷 (P)	213.617	铬 (Cr)	267.716
铁 (Fe)	238.204	钠 (Na)	589.592	镉 (Cd)	228.802
锰 (Mn)	257.610	镁 (Mg)	285.213	砷 (As)	193.696

7.2.2 标准曲线的绘制

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪内，测定空白标准溶液各元素光谱强度、标准系列溶液各元素光谱强度，以待测元素浓度为横坐标，以光谱强度为纵坐标，绘制标准曲线。回归曲线的线性相关系数应 ≥ 0.9950 。

7.2.3 试样测定

每个试样进行两次平行测定，在相同条件下依次测定试剂空白溶液、试样溶液各元素的光谱强度。从标准曲线上计算出各被测元素的含量，若某待测元素浓度超出标准曲线浓度范围的，则应该用硝酸溶液（4.3）对消解液进行适当稀释后再重新测定。

8 试验数据处理

试样中各元素的含量 X_i ，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按式（1）计算：

$$X_i = \frac{(C - C_0) \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C ——试样溶液的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

C_0 ——空白溶液的浓度，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)；

f ——稀释倍数；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留3位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果与这两个测定值算数平均值的绝对差值不大于该平均值的15%。

地方标准信息服务平台