

中华人民共和国国家标准

饲料中镉的测定方法

GB 13082—91

Method for determination of cadmium in feeds

1 主题内容与适用范围

本标准规定了饲料中镉的测定方法。

本标准适用于饲料中镉的测定。

2 原理

以干灰化法分解样品,在酸性条件下,有碘化钾存在时,镉离子与碘离子形成络合物,被甲基异丁酮萃取分离,将有机相喷入空气-乙炔火焰,使镉原子化,测定其对特征共振线 228.8 nm 的吸光度,与标准系列比较而求得镉的含量。

3 试剂和溶液

除特殊规定外,本标准所用试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

3.1 硝酸(GB 626),优级纯。

3.2 盐酸(GB 622),优级纯。

3.3 2 mol/L 碘化钾溶液:称取 332 g 碘化钾(GB 1272),溶于水,加水稀释至 1 000 mL。

3.4 5% 抗坏血酸溶液:称取 5 g 抗坏血酸($C_6H_8O_6$),溶于水,加水稀释至 100 mL(临用时配制)。

3.5 1 mol/L 盐酸溶液:量取 10 mL 盐酸(3.2),加入 110 mL 水,摇匀。

3.6 甲基异丁酮($CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$,HG 3—1118)。

3.7 镉标准贮备液:称取高纯金属镉(Cd,99.99%)0.100 0 g 于 250 mL 三角烧瓶中,加入 10 mL 1:1 硝酸,在电热板上加热溶解完全后,蒸干,取下冷却,加入 20 mL 1:1 盐酸及 20 mL 水,继续加热溶解,取下冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升相当于 100 μ g 镉。

3.8 镉标准中间液:吸取 10 mL 镉标准贮备液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,以 1 mol/L 盐酸(3.5)稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升相当于 10 μ g 镉。

3.9 镉标准工作液:吸取 10 mL 镉标准中间液(3.8)于 100 mL 容量瓶中,以 1 mol/L 盐酸(3.5)稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升相当于 1 μ g 镉。

4 仪器、设备

4.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

4.2 马福炉。

4.3 原子吸收分光光度计。

4.4 硬质烧杯:100 mL。

4.5 容量瓶:50 mL。

4.6 具塞比色管:25 mL。

国家技术监督局 1991-07-16 批准

1992-04-01 实施

GB 13082—91

4.7 吸量管:1、2、5、10 mL。

4.8 移液管:5、10、15、20 mL。

5 试样制备

采集具有代表性的饲料样品,至少 2 kg,四分法缩分至约 250 g,磨碎,过 1 mm 筛,混匀,装入密闭广口试样瓶中,防止试样变质,低温保存备用。

6 测定步骤

6.1 试样处理

准确称取 5~10 g 试样于 100 mL 硬质烧杯(4.4)中,置于马福炉(4.2)内,微开炉门,由低温开始,先升至 200℃ 保持 1 h,再升至 300℃ 保持 1 h,最后升温至 500℃ 灼烧 16 h,直至试样成白色或灰白色,无碳粒为止。

取出冷却,加水润湿,加 10 mL 硝酸(3.1),在电热板或砂浴上加热分解试样至近干,冷后加 10 mL 1 mol/L 盐酸溶液(3.5),将盐类加热溶解,内容物移入 50 mL 容量瓶(4.5)中,再以 1 mol/L 盐酸溶液(3.5)反复洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中,以 1 mol/L 盐酸溶液(3.5)稀释至刻度,摇匀备用。

若为石粉、磷酸盐等矿物试样,可不用干灰化法,称样后,加 10~15 mL 硝酸(3.1)[或盐酸(3.2)],在电热板或砂浴上加热分解试样至近干,其余同上处理。

6.2 标准曲线绘制

精确分取镉标准工作液(3.9)0、1.25、2.50、5.00、7.50、10.00 mL,分别置于 25 mL 具塞比色管(4.6)中,以 1 mol/L 盐酸溶液(3.5)稀释至 15 mL,依次加入 2 mL 碘化钾溶液(3.3),摇匀,加 1 mL 抗坏血酸溶液(3.4),摇匀,准确加入 5 mL 甲基异丁酮(3.6),振荡萃取 3~5 min,静置分层后,有机相导入原子吸收分光光度计(4.3),在波长 228.8 nm 处测其吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

6.3 测定

准确分取 15~20 mL 待测试样溶液及同量试剂空白溶液于 25 mL 具塞比色管(4.6)中,依次加入 2 mL 碘化钾溶液(3.3),其余同标准曲线绘制测定步骤。

7 测定结果

7.1 计算公式

$$X = \frac{A_1 - A_2}{mV_2/V_1} = \frac{V_1(A_1 - A_2)}{mV_2}$$

式中: X —— 试样中镉的含量, mg/kg;

A_1 —— 待测试样溶液中镉的质量, μg ;

A_2 —— 试剂空白溶液中镉的质量, μg ;

m —— 试样质量, g;

V_2 —— 待测试样溶液体积, mL;

V_1 —— 试样处理液总体积, mL。

7.2 结果表示

每个试样取 2 个平行样进行测定,以其算术平均值为结果。

结果表示到 0.01 mg/kg。

7.3 重复性

同一分析者对同一试样同时或快速连续地进行两次测定,所得结果之间的差值:

GB 13082—91

在镉的含量小于或等于 0.5 mg/kg 时,不得超过平均值的 50%;
在镉的含量大于 0.5 mg/kg 而小于 1 mg/kg 时,不得超过平均值的 30%;
在镉的含量大于或等于 1 mg/kg 时,不得超过平均值的 20%。

附加说明:

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出。

本标准由华中农业大学中心实验室负责起草。

本标准主要起草人袁俊华、夏涛。