

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1944—2010

饲料中钙的测定 原子吸收分光光谱法

Determination of calcium in feed—Atomic absorption spectrometry

2010-09-21 发布

2010-12-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准遵照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76) 归口

本标准起草单位:农业部食品质量监督检验测试中心(佳木斯)。

本标准主要起草人:王南云、张建勤、王亚宁、户江涛、崔玉玲、孙明山、韩国、程春芝。

饲料中钙的测定 原子吸收分光光谱法

1 范围

本标准规定了饲料中钙元素原子吸收分光光谱的测定方法。

本标准适用于饲料中钙元素的测定,不适用于矿物质饲料。

本标准的定量测定范围为 0.2 mg/L~5.0 mg/L

当称样量为 1 g、定容体积为 50 mL 时,本标准的方法检出限为 2.5 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 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 20195 动物饲料试样的制备

3 原理

试样消解后,试液导入原子吸收分光光度计,经火焰原子化后,吸收 422.7 nm 的共振线,其吸光值与元素含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

4.1 水,GB/T 6682,二级。

4.2 硝酸(HNO₃)。

4.3 过氧化氢(H₂O₂)。

4.4 氧化镧(La₂O₃,纯度大于 99.99%)。

4.5 混合酸:硝酸+高氯酸(4+1)。

4.6 0.5 mol/L 硝酸溶液:量取 32 mL 硝酸(4.2),用水稀释至 1 000 mL

4.7 50 g/L 镧溶液:称取 58.65 g 氧化镧(4.3),用少量水润湿,加入 150 mL 浓盐酸溶解,用水稀释至 1 000 mL

4.8 钙元素标准储备液:按 GB/T 602 的规定配制,或由国家标准物质研究中心提供(4℃温度下可保存一年)。

4.9 钙元素标准使用液(50 mg/L):准确吸取 5.00 mL 钙元素标准储备液(4.8),定容至 100 mL

注:标准使用液配制完成后,贮存于聚乙烯瓶内,4℃保存,有效期为一个月。

5 仪器设备

5.1 原子吸收分光光谱仪,带火焰原子化器。

5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.3 马弗炉。

5.4 灰化器皿:铂金、石英或瓷质坩埚。

5.5 微波消解仪。

5.6 可调式电热板或电炉。

注:所用玻璃器皿用前需用硝酸溶液(1+3)浸泡过夜或更长时间,用水冲洗干净。

6 分析步骤

6.1 样品制备

按照 GB/T 20195 的方法制备样品。将样品磨碎,通过 0.45 mm 孔筛,混匀,装入密闭玻璃容器中,避光常温保存。

6.2 试样消解

6.2.1 干灰化法

根据钙含量,准确称取试样 0.5 g~2 g(精确到 0.000 1 g)于坩埚中。先小火在可调式电热板(5.6)上炭化至无烟,然后继续灼烧至使炭化完全(要避免试料燃烧)。置于 550℃ 的马弗炉中灰化 4 h~5 h 后,冷却。若试样灰化不彻底,取出放冷,加几滴硝酸(4.2)润湿,在电热板上小火加热干燥后重新灰化。取出灰化好的试样用硝酸溶液(4.6)充分溶解(若溶解不充分,可在电热板上低温加热溶解灰分),将试样消化液转移至 50 mL 容量瓶中,用少量水多次洗涤坩埚,洗液合并于容量瓶中,同时加入一定量的镧溶液(4.7)(定容后溶液中镧浓度应为 5 g/L),用水定容至刻度,混匀。

6.2.2 湿式消解法

根据钙含量,准确称取试样 0.5 g~2 g(精确到 0.000 1 g)于 250 mL 锥形瓶或高型烧杯中,放数粒玻璃珠,加入 10 mL 混合酸(4.5),加盖一小漏斗或表面皿,浸泡过夜。次日在电热板或电炉上加热消解,保持消解液呈微沸状态。若消解液变棕黑色,再加混合酸(4.5)继续消解,直至冒白烟,最终使消解液呈无色透明或略带黄色,冷却。用少量水多次洗涤锥形瓶或高型烧杯并转移至 50 mL 容量瓶中,同时加入一定量的镧溶液(4.7)(定容后溶液中镧浓度应为 5 g/L),定容,混匀。

6.2.3 微波消解法

根据钙含量,准确称取试样 0.2 g~1 g(精确到 0.000 1 g),于聚四氟乙烯内罐中,加入 3 mL~5 mL 硝酸(4.2),加入过氧化氢(4.3)1 mL~2 mL,盖好安全阀,安装好保护套后,将消解罐放入微波消解系统内,设置微波消解程序(表 1),开始消解待测样品。消解结束后,取出内罐,用少量水多次洗涤并转移消解液至 25 mL 容量瓶中,同时加入一定量的镧溶液(4.7)(定容后溶液中镧浓度应为 5 g/L),定容,混匀。

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

表 1 微波消解参考程序(温控模式)

步骤	温度 ℃	升温时间 min	保持时间 min
1	80	5	5
2	110	5	5
3	170	10	10

6.3 标准曲线绘制

根据需要将钙元素标准使用液(4.9)用 0.5 mol/L 硝酸溶液(4.6)逐级稀释至 0 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L,并加入镧溶液(4.7),使钙标准使用液中镧的最终质量浓度为 5 g/L

6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件见表 2:

表 2 仪器参考条件

波长 nm	狭缝 nm	空气和乙炔流量 L/min	灯电流 mA
422.7	0.5~1.0	0.6~4.9	10

6.4.2 将待测试液导入原子化器进行测定,同时做试样空白。测定试样的浓度应在标准曲线的范围之内,如果试液需要稀释,稀释后的溶液中镧浓度应为 5 g/L

7 结果计算

试样中钙元素的含量以质量分数 X 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times N}{m} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

ρ ——由标准曲线查出试液中钙元素的质量浓度值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——由标准曲线查出试剂空白中钙元素的质量浓度值,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试液的定容体积,单位为毫升(mL);

N ——稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果按照表 3 修约,并以 mg/kg 或 g/kg 表示。

表 3 结果计算的修约

含量	修约到
<10 mg/kg	0.1 mg/kg
10 mg/kg~100 mg/kg	1 mg/kg
100 mg/kg~1 g/kg	10 mg/kg
1 g/kg~10 g/kg	100 mg/kg
≥10 g/kg	1 g/kg

8 精密度

8.1 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 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%情况不超过 5%为前提。

8.2 再现性

在再现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%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%情况不超过 5%为前提。

中华人民共和国
农业行业标准
饲料中钙的测定 原子吸收分光光谱法
NY/T 1944—2010

* * *

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)
北京昌平环球印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2010 年 12 月第 1 版 2010 年 12 月北京第 1 次印刷
书号: 16109·2224
定价: 12.00 元



NY/T 1944 2010