

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1945—2010

**饲料中硒的测定
微波消解—原子荧光光谱法**

**Determination of selenium in feed—
Microwave digestion—Atomic fluorescence 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、孙兰金、张海珍、李珍、王艳玲、孙明山、张建勤、王亚宁、韩国、程春芝。

饲料中硒的测定 微波消解—原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了饲料中硒的原子荧光光谱测定方法。

本标准适用于饲料中硒元素的测定,不适用于矿物饲料。

本标准的定量测定范围为 $1\ \mu\text{g/L}\sim 100\ \mu\text{g/L}$ 。

本方法检出限为 $0.01\ \text{mg/kg}$ 。

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 试样制备

3 原理

试样经微波消解后,在盐酸介质中,将试样中的六价硒还原成四价硒。用硼氢化钾作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢。由载气带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯照射下,基态硒原子被激发至高能态。在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水,GB/T 6682,二级。

4.2 硝酸(HNO_3):优级纯。

4.3 盐酸(HCl):优级纯。

4.4 过氧化氢(H_2O_2):优级纯。

4.5 盐酸溶液(1+1)。

4.6 硼氢化钾溶液(10 g/L):称取 10.0 g 硼氢化钾,溶于氢氧化钾溶液(5 g/L)中,定容至 1 L,混匀。现用现配。

4.7 铁氰化钾溶液(100 g/L):称取 10.0 g 铁氰化钾,溶于水中,定容至 100 mL,混匀。现用现配。

4.8 硒标准储备液(100 mg/L):精确称取 50.0 mg 硒粉(光谱纯),溶于少量硝酸中,加 1 mL 高氯酸,置沸水浴中加热 1.5 h~2 h,冷却后加 4.2 mL 盐酸,置沸水浴中煮 1 min,用水移入 500 mL 容量瓶中,准确稀释至刻度。或直接购买国家标准溶液。此溶液在 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 的冰箱中保存,有效期为 6 个月。

4.9 硒标准中间液(10 mg/L):准确吸取 10.00 mL 硒标准储备液(4.8),定容至 100 mL。此溶液在 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 的冰箱中保存,有效期为 1 个月。

4.10 硒标准使用液($200\ \mu\text{g/L}$):准确吸取 2.00 mL 硒标准中间液(4.9),定容至 100 mL。此溶液现用现配。

4.11 氩气:纯度不低于 99.99%。

5 仪器和设备

- 5.1 原子荧光光谱仪。
- 5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.3 微波消解器。
- 5.4 可调式电热板或电炉。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 的规定采样,按 GB/T 20195 的方法制备样试。将样品磨碎,通过 0.45 mm 孔筛,混匀,装入密闭容器中,避光保存。

7 分析步骤

7.1 试样预处理

称取试样 0.5 g(精确到 0.000 1 g),于聚四氟乙烯内罐中,加入 8 mL 硝酸(4.2)、2 mL 过氧化氢(4.4),盖好安全阀,安装好保护套,将消解罐放入微波消解器内,设置微波消解程序(参照表 1),消解待测样品。消解结束后,取出内罐,赶酸,温度控制在 150℃左右,加热至剩余体积 1 mL 左右,取下冷却,加 5 mL 盐酸溶液(4.5),继续加热,剩余体积约为 1 mL 左右时,取下冷却,转移至 25 mL 容量瓶中,加 4 mL 盐酸(4.3),2 mL 铁氰化钾溶液(4.7),用水定容并混匀待测。

同时做试剂空白试验。

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	180	5	10

7.2 标准曲线的制备:

分别吸取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 硒标准使用液(4.10)于 25 mL 容量瓶中,分别加 4 mL 盐酸(4.3),2 mL 铁氰化钾溶液(4.7),用水定容,混匀待测。相当于硒浓度为 0.00 mL、4.00 mL 8.00 mL、16.00 mL、24.00 mL、32.00 mL、40.00 μg/L 标准系列。

7.3 仪器参考条件

仪器参考条件如表 2 所示。

表 2 仪器参考条件

光电倍增管负高压 V	硒空心阴极灯电流 mA	原子化温度 ℃	炉高 mm	载气流速 mL/min	屏蔽气流速 mL/min	读数方式	延迟时间 s	读数时间 s	加液时间 s	进样体积 mL
300	30	200	8.0	400	1 000	峰面积	1	15	8	2

7.4 测量

设定仪器最佳条件,待炉温升至设定温度后,稳定 20 min,开始测量。进行标准系列测量,分别测量试剂空白和试样,测其荧光强度,求出回归方程各参数或绘制出标准曲线。从标准曲线上查得溶液中含

硒量,试样中硒的测定结果按式(1)计算。

8 结果计算

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

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从标准曲线上查得硒的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——试剂空白液中硒的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——试样消化液的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示。当试样中硒含量 $<0.1 \text{ mg/kg}$ 时,计算结果表示到两位有效数字;当试样中硒含量 $\geq 0.1 \text{ mg/kg}$ 时,计算结果表示到三位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

9.1.1 当硒的质量分数小于或等于 0.20 mg/kg 时,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 25%,以大于这两个测定值的算术平均值的 25%情况不超过 5%为前提。

9.1.2 当硒的质量分数大于 0.20 mg/kg 时,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%,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。

9.2 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 25%,以大于这两个测定值的算术平均值的 25%情况不超过 5%为前提。

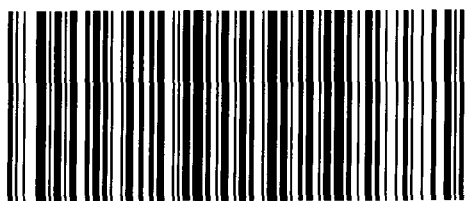
中华人民共和国
农业行业标准
饲料中硒的测定
微波消解—原子荧光光谱法
NY/T 1945—2010

* * *

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: 16109·2225
定价: 12.00元



NY/T 1945 2010