

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3318—2018

饲料中钙、钠、磷、镁、钾、铁、锌、铜、锰、 钴和钼的测定 原子发射光谱法

Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc,
copper, manganese, cobalt and molybdenum in feeds—
Atomic emission spectrometry

2018-12-19 发布

2019-06-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业农村部畜牧兽医局提出。

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:农业农村部饲料质量监督检验测试中心(济南)、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]、聚光科技(杭州)股份有限公司、上海屹尧仪器科技发展有限公司、帝斯曼维生素(上海)有限公司、钢研纳克检测技术有限公司、天津奥特奇生物制品有限公司。

本标准主要起草人:毛雪飞、刘继明、战余铭、刘霁欣、王敏、梁萌、张志薇、樊霞、李剑、倪晨杰、张进、赵英飞、薛岩。

饲料中钙、钠、磷、镁、钾、铁、锌、铜、锰、钴和钼的测定

原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了饲料中钙(Ca)、钠(Na)、磷(P)、镁(Mg)、钾(K)、铁(Fe)、锌(Zn)、铜(Cu)、锰(Mn)、钴(Co)和钼(Mo)含量的电感耦合等离子体发射光谱和微波等离子体发射光谱测定方法。

本标准适用于动植物性饲料原料和饲料中钙、钠、磷、镁、钾、铁、锌、铜、锰、钴和钼含量的测定。

本标准定量限:钙、钠、磷、镁和钾为5.0 mg/kg;铁、锌、铜和锰为1.0 mg/kg;钴和钼为0.1 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 14699.1 饲料采样

GB/T 20195 动物饲料试样的制备

3 原理

试样经干灰化、酸提取或微波消解后,待测液导入电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)或微波等离子体发射光谱仪(MP-AES)的等离子体中激发,在相应元素波长处测量其发射的光谱强度,并与对应元素标准曲线的光谱强度比较定量。

4 试剂或材料

除非另有说明,所用试剂均为优级纯。实验室用水符合GB/T 6682规定的二级水要求。

4.1 硝酸(HNO₃)。

4.2 30%过氧化氢溶液。

4.3 2%硝酸溶液:量取20 mL硝酸(4.1),用水稀释至1 000 mL。

4.4 50%硝酸溶液:量取500 mL硝酸(4.1),用水稀释至1 000 mL。

4.5 单元素标准溶液:质量浓度为1 000 mg/L,可按GB/T 602规定的方法配制,也可使用有证国家标准物质,4℃冷藏保存。

4.6 混合标准储备溶液:分别准确移取相应体积的钙、钠、磷、镁、钾、铁、锌、铜、锰、钴和钼的单元素标准溶液(4.5)于100 mL容量瓶中,用2%硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀,配制混合标准储备溶液(钙、钠、磷、镁、钾、铁、锌、铜、锰的浓度为50.0 mg/L,钴和钼的浓度为5.0 mg/L),储存于聚乙烯瓶中,于4℃冰箱中保存,有效期3个月。

4.7 混合标准工作溶液:分别准确移取相应体积的混合标准储备溶液(4.6)于100 mL容量瓶中,用2%硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀,配制成浓度合适的工作曲线。钙、钠、磷、镁、钾元素的特征浓度范围为0.10 mg/L~20.0 mg/L,铁、锌、铜、锰元素的特征浓度范围为0.02 mg/L~20.0 mg/L,钴和钼元素的特征浓度范围为0.002 mg/L~1.00 mg/L。现用现配。

5 仪器设备

- 5.1 高速粉碎机。
- 5.2 塑料标准筛,孔径为 0.45 mm。
- 5.3 分析天平:感量为 0.001 g 或 0.000 1 g。
- 5.4 可调式电热板。
- 5.5 可调式电炉。
- 5.6 坩埚:铂金、石英或者瓷质,不含钾、钠,内层光滑没有被腐蚀,使用前用 50%硝酸溶液(4.4)浸泡过夜。
- 5.7 高温电阻炉:温度能控制在 $(550\pm 20)^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.8 微波消解仪:带聚四氟乙烯消解罐。
- 5.9 定量滤纸。
- 5.10 电感耦合等离子体发射光谱仪,带径向和轴向观测。
- 5.11 微波等离子体发射光谱仪。

6 样品

6.1 采样

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。在运输和储存过程中,避免发生损坏、变质和污染。

6.2 试样制备

按 GB/T 20195 的规定制备试样。粉碎至全部通过塑料标准筛,混匀装入密封容器中,保存备用。

7 试验步骤

7.1 试样处理

7.1.1 干灰化法

准确称取试样 3 g~5 g(精确至 0.001 g)放入坩埚中,将坩埚放在电热板上缓慢加热炭化至无烟(要避免试样燃烧及溅出)。将坩埚转入高温电阻炉中 550 $^{\circ}\text{C}$ 灰化 6 h。若个别试样灰化不彻底,则可在样品冷却后滴加数滴 50%硝酸(4.4),在电热板上低温蒸干后,重新置入 550 $^{\circ}\text{C}$ 高温电阻炉中直至样品变成灰白色为止,冷却至室温。

坩埚冷却后从高温炉中取出,加 2 mL 水,用 10 mL 50%硝酸溶液(4.4)溶解残渣,开始慢慢一滴一滴加入,直到不冒泡,然后快速加入。电炉上加热直到内容物近乎干燥,在加热期间务必避免内容物溅出。用 5 mL 50%硝酸(4.4)加热溶解残渣冷却后,用水将试料溶液转移到 50 mL 容量瓶。待其冷却后,然后用水稀释定容并用定量滤纸过滤。

若某待测元素预估浓度超出标准曲线浓度范围,用 2%硝酸溶液(4.3)稀释后测定。同时做空白试验。

注:含硅化合物可能影响添加剂预混合饲料灰化效果,使检测结果偏低,此时应直接从 7.1.2 开始。

7.1.2 酸提取法

准确称取 0.5 g~2.0 g 试样(精确到 0.000 1 g)放入坩埚中,加 2 mL 水,取 10 mL 50%硝酸溶液(4.4),开始慢慢一滴一滴加入,边加边旋动坩埚,直到不冒泡为止(可能产生二氧化碳),然后再快速加入。煮沸,冷却后分次将试料溶液转移到 50 mL 容量瓶。待其冷却后,然后用水定容并用定量滤纸过滤。

若某待测元素预估浓度超出标准曲线浓度范围,用 2%硝酸溶液(4.3)稀释后测定。同时做空白试验。

注:微量元素预混合饲料可直接使用本方法。

7.1.3 微波消解

准确称取试样 0.3 g~1.0 g(精确到 0.000 1 g)于微波消解罐的内胆管中,加入 6 mL 硝酸(4.1),加盖放置过夜,加入 1 mL 30%过氧化氢(4.2),旋紧罐盖。设置好微波消解程序后进行消解(消解程序参见附录 A 中表 A.1),冷却至室温后取出,缓慢打开消解罐的盖子排气,用少量水冲洗内盖及消解管内壁,重复 3 次~6 次,合并消解液至 25 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀备用。同时做空白试验。

7.2 测定

7.2.1 ICP-AES 仪器参考条件参见附录 B。

7.2.2 MP-AES 仪器参考条件参见附录 C。

7.2.3 标准曲线的制备

按试验要求及仪器规定,设置仪器的最佳分析条件,并调节仪器至最佳工作状态。根据待测元素含量按顺序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,以元素浓度为自变量、光谱强度为因变量绘制标准曲线。标准曲线的线性回归系数 $R^2 \geq 0.995$ 。

7.2.4 试样测定

待仪器稳定后,依次测定系列空白溶液、试样溶液。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,用 2%硝酸溶液(4.3)稀释后重新测定。

8 试验数据处理

试样中各元素的含量 X_i ,以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),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($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_0 ——空白溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

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)。

以重复性条件下获得的 2 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 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)
微波消解程序

微波消解参考程序见表 A.1。

表 A.1 微波消解程序

步骤	1	2	3
温度, °C	80	120	190
升温时间, min	5	5	5
保持时间, min	5	5	20

表中数据仅为实验时所使用的微波消解仪的最佳条件, 实际使用时可根据实际仪器条件调整。

附录 B
(资料性附录)
ICP - AES 仪器参考条件

B.1 ICP - AES 的仪器参考条件

见表 B.1。

表 B.1 ICP - AES 的仪器参考条件

仪器条件	参考值
射频功率, W	1 150~1 300
氩气等离子体气流, L/ min	12~15
氩气辅助气流, L/ min	0.2~0.4
氩气雾化气流, L/ min	0.6~0.8
等离子体稳定时间, min	15
观测方向	Mg、Cu、Fe、P、Mn、Zn、Co、Mo 为轴向观测, K、Ca、Na 为径向观测
表中数据仅为本标准实验时所使用的 ICP - AES 的最佳条件, 实际使用时可根据实际仪器条件调整。	

B.2 ICP - AES 的元素参考波长

见表 B.2。

表 B.2 ICP - AES 的元素参考波长

单位为纳米

元素	波长	元素	波长
Ca	393.366	Zn	213.857
	315.887		202.548
	317.933		
	422.673		
Na	588.995	Cu	327.395
	589.592		
P	213.618	Mn	257.610
			259.372
Mg	279.553	Co	238.892
	280.270		
K	766.491	Mo	202.032
			281.615
Fe	238.204	—	—

附 录 C
(资料性附录)
MP - AES 仪器参考条件

C.1 MP - AES 的仪器参考条件

见表 C.1。

表 C.1 MP - AES 的仪器参考条件

仪器条件	参考值
射频功率, W	1 000
氮气等离子体气流, L/ min	20
氮气辅助气流, L/ min	1.5
氮气雾化气流, L/ min	0.3~1.0
等离子体稳定时间, min	15
读取时间, s	3~5
分析泵转, r/ min	15~30
提升时间, s	15~20
稳定时间, s	5~10
观测方向	轴向观测

表中数据仅为实验时所使用的 MP - AES 的最佳条件, 实际使用时可根据实际仪器条件调整。

C.2 MP - AES 的元素参考波长

见表 C.2。

表 C.2 MP - AES 的元素参考波长

单位为纳米

元素	波长	元素	波长
Ca	396.847	Zn	213.857
	422.673		202.548
Na	588.995	Cu	324.754
	589.592		327.395
P	213.618	Mn	403.076
			257.610
Mg	279.553	Co	340.512
	285.213		345.351
K	766.491	Mo	379.825
Fe	371.993	—	—
	385.991		

中华人民共和国
农业行业标准
饲料中钙、钠、磷、镁、钾、铁、锌、铜、锰、
钴和钼的测定 原子发射光谱法

NY/T 3318—2018

* * *

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)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

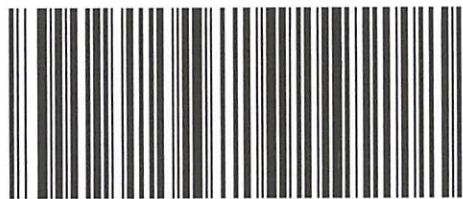
* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2019年4月第1版 2019年4月北京第1次印刷

书号: 16109·4761

定价: 18.00 元



NY/T 3318—2018

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 59194261