

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3319—2018

植物性饲料原料中镉的测定 直接进样原子荧光法

Determination of cadmium in vegetal raw-material of feeds—
Direct sampling atomic fluorescence 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: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)]。

本标准主要起草人:毛雪飞、刘秉欣、王敏、樊霞、黄亚涛、张英、张志薇、齐悦涵。



植物性饲料原料中镉的测定 直接进样原子荧光法

1 范围

本标准规定了植物性饲料原料中镉快速测定的直接进样原子荧光法。

本标准适用于大米、大米粉、碎米、小麦、小麦粉、玉米、玉米粉、玉米蛋白粉、玉米干全酒精糟(DDGS)、豆粕、菜籽粕、花生粕植物性饲料原料中镉的测定。

本标准的定量限为 0.001 mg/kg(进样量为 10 mg 时)。

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 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 13082 饲料中镉的测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

直接进样原子荧光光谱仪 **direct sampling atomic fluorescence spectrometer**

可实现固体样品直接测定的原子荧光光谱仪。

3.2

电热蒸发器 **electrothermal vaporizer**

一种加热装置,可实现固、液体样品的蒸发导入,常与原子荧光光谱仪、原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体质谱/发射光谱仪等串联,一般由碳材料或钨、钼、铂、钽、铯等高熔点金属材料制成。

3.3

原子阱 **atom trap**

可实现待测原子选择性捕获和释放的装置,如捕获镉的钨丝、捕获汞的金丝等。

4 原理

粉碎后的植物性饲料原料样品以进样舟为载体,完成在线干燥和灰化后,在氩氢混合载气条件下,在电热蒸发器中蒸发形成气溶胶;气溶胶中的镉在常温下被钨材料捕获,经载气吹扫与基体分离;之后加热钨材料实现镉的二次释放,原子态镉在镉空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度与待测样品中镉的含量成正比。

5 试剂或材料

除非另有规定,本标准试剂均使用分析纯。实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

5.1 已知镉含量的有证植物性饲料原料基体标准物质,或者根据 GB 13082 或 GB 5009.15 方法测定镉含量的样品。

5.2 硝酸。

5.3 0.5%硝酸:量取 0.5 mL 硝酸(5.2)于 100 mL 容量瓶中,加入水混匀、定容至刻度。

5.4 镉元素标准储备溶液:1 000 μg/mL。

5.5 镉元素标准工作溶液:移取相应体积的镉元素标准储备溶液(5.4)于 100 mL 容量瓶中,用 0.5%硝酸(5.3)定容至刻度,混匀并转移到洁净聚乙烯瓶中备用。

5.6 载气:体积比为 9:1 的氩气和氢气混合气。

6 仪器设备

6.1 直接进样原子荧光光谱仪:配镉空心阴极灯、进样舟、电热蒸发器和钨材料原子阱。其中,电热蒸发器为碳材料,温度可达到 1 500℃以上;钨材料可为钨丝或其他形状及类型。

6.2 粉碎机或研磨机。

6.3 标准筛:孔径为 0.30 mm。

6.4 分析天平:感量为 0.01 mg。

7 样品

7.1 扦样与分样

按 GB 5491 的规定抽取有代表性的植物性饲料原料样品,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。

7.2 试样的制备

试样粉碎至全部通过 0.30 mm 孔径的标准筛,混匀装入密封容器中,保存备用。

8 试验步骤

8.1 仪器参数条件

直接进样原子荧光光谱仪参数条件,如表 1 所示。

表 1 直接进样原子荧光光谱仪参数条件^a

方法程序	直接进样装置		原子荧光光谱仪	
	时间,s	温度,℃	部件名称	参数值
灰化 ^b	50~90	500~550	空心阴极灯	Cd(228.8 nm)
蒸发/捕获	30	>1 200 ^c	灯电流,mA	10~80
冷却	10	不加热	光电倍增管负高压,V	-360~-200
释放	1	>1 800 ^d	载气流量,mL/min	600
冷却	5	不加热	屏蔽气流量,mL/min	
电热蒸发器清洁	20	>1 500 ^c		
原子阱清洁	1	>1 800 ^d		

灰化程序的时间设置应根据实际样品的灰化程度予以适当调整,保证样品在灰化过程中不会燃烧、最终处于残渣状态,并且不会影响荧光响应信号的峰型。

^a 本标准中直接进样装置和原子荧光光谱仪的参数条件以某商品化仪器的优化结果为依据,但并不表明仅该仪器适用于本标准,任何符合本标准基本原理并可达到相应技术指标的仪器均适用于本标准;

^b 本标准使用镍铬丝电加热灰化装置,所示温度为灰化装置所能达到的最高温度,任何能达到灰化温度和效果的装置均适用于本标准;

^c 指电热蒸发器的温度;

^d 指原子阱的温度。

8.2 标准曲线的制定

利用已知镉含量的植物性饲料原料样品或基体标准物质(5.1),称取至少4个镉质量梯度的系列样品置于进样舟中逐一测定,样品量(M ,mg)应不超过进样舟的容量,最小称样量 ≥ 2 mg。按照镉质量(X 轴)与荧光响应面积(Y 轴)绘制标准曲线,标准曲线的相关系数(r)应不小于0.995。

8.3 样品测定

在进样舟中称取至少2 mg样品(精确至0.01 mg,并不超过进样舟的容量),按照8.1的要求测定样品中镉的荧光响应面积,从标准曲线上计算镉的质量。若测定结果超出标准曲线范围,应减少进样量,或者重新制定线性范围更宽的标准曲线再进行测定。同时,利用空的样品舟做空白试验。

8.4 质量控制

仪器刚启动的稳定性可用系列镉标准工作溶液(5.5)验证, $r \geq 0.999$ 。在测定一定数量样品后,应选择已知镉含量的植物性饲料原料样品或基体标准物质(5.1)验证仪器准确性和稳定性,测得值须进入参考值不确定度范围或相对偏差不超过15%。

9 试验数据处理

试样中镉的含量 X 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按照式(1)计算。

$$X = \frac{(m_x - m_0) \times 10^{-6}}{m \times 10^{-6}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_x ——待测样品中镉元素的质量,单位为纳克(ng);

m_0 ——空白中镉元素的质量,单位为纳克(ng);

m ——待测样品的质量,单位为毫克(mg)。

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,保留3位有效数字。

10 精密度

当样品中镉的含量 > 0.1 mg/kg时,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%;当样品中镉的含量 ≤ 0.1 mg/kg时,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20%。

中华人民共和国
农业行业标准
植物性饲料原料中镉的测定
直接进样原子荧光法

NY/T 3319—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 0.5 字数 10 千字

2019 年 4 月第 1 版 2019 年 4 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·4762

定价: 12.00 元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 59194261



NY/T 3319—2018