



中华人民共和国国家标准

GB/T 13088—2026

代替 GB/T 13088—2006

饲料中铬的测定

Determination of chromium in feeds

2026-04-30 发布

2026-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 13088—2006《饲料中铬的测定》，与 GB/T 13088—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围(见第1章,2006年版的第1章)；
- b) 更改了火焰原子吸收光谱法的标准系列溶液浓度范围(见4.1.2.10,2006年版的3.5.2.2.1)；
- c) 增加了有机铬饲料添加剂的相关内容(见4.1.5.1.2)；
- d) 增加了矿物质饲料原料、矿物质饲料添加剂、不含有机物的微量元素饲料添加剂和不含有机物微量元素预混合饲料试样溶液的制备方法(见4.1.5.1.3)；
- e) 更改了原子吸收光谱仪的仪器参考条件(见4.1.5.2和4.2.5.2,2006年版的3.5.2.1.1和3.5.2.1.2)；
- f) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法(见第5章)；
- g) 更改了分光光度法中硫酸溶液、氢氧化钠溶液的浓度(见6.2.5和6.2.7,2006年版4.2.1和4.2.3)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：辽宁省检验检测认证中心、陕西省畜牧技术推广总站、禾丰食品股份有限公司、陕西秦云农产品检验检测股份有限公司。

本文件主要起草人：田晓玲、于家丰、李宏、李欣南、张天姝、陈玉艳、郭国贤、罗润鸿、李胜、肖普辉、晁娟娟、吴振洲、李晓丽、史莹、刘斌、皇甫凯。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1991年首次发布为 GB/T 13088—1991,2006年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

饲料中铬的测定

警示：各种强酸取用时，应做好个人防护，并在通风橱中进行，使用高氯酸和过氧化氢时注意不要烧干，以防爆炸；使用氢氟酸时注意防护，防止灼伤眼睛和皮肤。

1 范围

本文件描述了饲料中铬测定的原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和分光光度法。

本文件中原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、饲料原料和饲料添加剂中铬的测定；分光光度法适用于配合饲料（添加色素的除外）中铬的测定。

分光光度法的检出限为 2.5 mg/kg、定量限为 5.0 mg/kg。

当取样量 5 g，定容体积为 50 mL 时，其他方法的检出限和定量限为：

- 火焰原子吸收光谱法的检出限为 0.25 mg/kg、定量限为 0.50 mg/kg；
- 石墨炉原子吸收光谱法的检出限为 0.025 mg/kg、定量限为 0.050 mg/kg；
- 电感耦合等离子体发射光谱法的检出限为 0.5 mg/kg、定量限为 1.0 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 20195 动物饲料 试样的制备

3 定义和术语

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原子吸收光谱法

4.1 火焰法

4.1.1 原理

试样用酸消解使铬溶出，用原子吸收光谱仪在 359.4 nm 处测定其吸光度值，外标法定量。

4.1.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用优级纯试剂。

4.1.2.1 水：符合 GB/T 6682 的二级水。

4.1.2.2 硝酸。

4.1.2.3 高氯酸。

4.1.2.4 氢氟酸。

4.1.2.5 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.1.2.6 硝酸溶液(20%):量取 20 mL 硝酸(4.1.2.2),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.1.2.7 硝酸溶液(6 mol/L):量取 43 mL 硝酸(4.1.2.2),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.1.2.8 铬标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取预先于 110 °C 烘箱中干燥 2 h 至恒重的基准重铬酸钾 2.83 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(4.1.2.7)加热溶解,用水转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 6 个月。或购置有证标准物质/标准样品。

4.1.2.9 铬标准中间溶液(10 µg/mL):准确移取 1 mL 铬标准储备溶液(4.1.2.8)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释、定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 3 个月。

4.1.2.10 铬标准系列溶液:分别准确移取 0 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、4 mL、8 mL 铬标准中间溶液(4.1.2.9)于 50 mL 容量瓶中,加入硝酸溶液(4.1.2.7)1 mL,用水稀释、定容,混匀,配制成质量浓度分别为 0 µg/mL、0.10 µg/mL、0.20 µg/mL、0.40 µg/mL、0.80 µg/mL、1.60 µg/mL 的标准系列溶液。临用现配。

4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 原子吸收光谱仪:配火焰原子化器,铬空心阴极灯。

4.1.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

4.1.3.3 粉碎机:刀头、刀片、腔体、筛网为非含铬材料。

4.1.3.4 马弗炉:控温精度±15 °C。

4.1.3.5 可调式电热板。

4.1.3.6 石墨消解仪:配有聚四氟乙烯消化管。

4.1.3.7 高压消化罐:配有聚四氟乙烯消化管。

4.1.3.8 赶酸仪:可控温,控温精度±1 °C。

注:所用玻璃器具及坩埚均用硝酸溶液(4.1.2.6)浸泡至少 24 h 后,用水冲洗,晾干。

4.1.4 样品

按 GB/T 20195 制备样品,至少 200 g,粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的试验筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。



4.1.5 试验步骤

4.1.5.1 试样溶液制备

4.1.5.1.1 前处理方法的选择

不同类型样品的前处理方法按照附录 A 执行。

4.1.5.1.2 干灰化法

平行做两份试验。配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料(矿物质饲料原料除外)试样称取 5 g,含有机物的添加剂预混合饲料和含有机物的饲料添加剂试样称取 2 g,精确至 0.000 1 g,置于瓷坩埚中,放置电热板上炭化至无烟后,转移至 550 °C 马弗炉内灰化 4 h。取出冷却,加入 5 mL 硝酸溶液(4.1.2.6)溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,用少许水冲洗坩埚 3 次,洗液并入容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。用定量滤纸过滤,滤液待测。同时做空白试验。

4.1.5.1.3 湿消化法

平行做两份试验。有机铬饲料添加剂称取 1 g~3 g(精确至 0.000 1 g)于 150 mL 三角瓶中,加入

5 mL 水湿润试样,缓慢加入 20 mL 硝酸(4.1.2.2)、5 mL 高氯酸(4.1.2.3),放上漏斗,放置过夜。次日,移至 150 ℃~250 ℃可控温电热板上加热消化至体积 2 mL~3 mL,冒白烟时,立即取下,冷却后,将消化液全部转移至 50 mL 容量瓶中,用少许水冲洗三角瓶 3 次,洗液并入容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。用定量滤纸过滤,滤液待测。同时做空白试验。

4.1.5.1.4 盐酸溶解法

平行做两份试验。矿物质饲料原料、矿物质饲料添加剂、不含有机物的微量元素饲料添加剂和不含有机物的微量元素预混合饲料试样称取 1 g~5 g(精确至 0.000 1 g)于 150 mL 三角瓶中,缓慢加入 10 mL 盐酸溶液(4.1.2.5),待反应停止后,于 200 ℃~220 ℃下加热至 2 mL~3 mL 时,取下,转移到 50 mL 容量瓶中,用少许水冲洗三角瓶 3 次,洗液并入容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。用定量滤纸过滤,滤液待测。同时做空白试验。

4.1.5.1.5 高压罐消解法

平行做两份试验。配合饲料、精料补充料、饲料原料(矿物质饲料原料除外)试样称取 1.0 g~1.2 g,浓缩饲料和含有有机物的添加剂预混合饲料试样称取 0.8 g~1.0 g,精确至 0.000 1 g,置于高压消解罐的聚四氟乙烯消化管(4.1.3.7)中,加入 6 mL 硝酸(4.1.2.2)、1 mL 高氯酸(4.1.2.3)、4 mL 氢氟酸(4.1.2.4),盖好管盖,静置过夜。次日,旋紧不锈钢外套,放入恒温干燥箱或石墨消解仪中,于 150 ℃~170 ℃消解 4 h。取出,冷却至室温,缓慢松开不锈钢外套,小心取出聚四氟乙烯消化管,如果试样消解液中残酸量过大时,将消化管放置赶酸仪或可控温电热板上于 110 ℃下,赶酸至体积 1 mL~2 mL 时,取下,冷却至室温。将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,用少许水冲洗消化管及管盖 3 次,洗液并入容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。用定量滤纸过滤,滤液待测。同时做空白试验。

4.1.5.2 仪器参考条件

- 仪器参考条件如下:
- a) 铬空心阴极灯;
 - b) 波长:359.4 nm;
 - c) 狭缝宽度:0.50 nm;
 - d) 灯电流:7.5 mA;
 - e) 背景校正方式:氘灯/塞曼/自吸收;
 - f) 火焰:空气-乙炔。

4.1.5.3 测定

在仪器最佳工作状态下,以扣背景方式,用 0 μg/mL 铬标准溶液调零,在 359.4 nm 波长处,依次测定铬标准系列溶液(4.1.2.10)、试剂空白溶液和试样溶液的吸光度值,以铬标准系列溶液(4.1.2.10)的质量浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线相关系数 $r \geq 0.995$ 。试样溶液的吸光度值应在标准曲线线性范围内,若超出,参照铬标准系列溶液(4.1.2.10)的酸浓度进行适当稀释(f)后测定。

4.1.6 试验数据处理

试样中铬的含量以质量分数 w_1 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ_1 ——由标准曲线查得的试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_2 ——由标准曲线查得的空白试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- f ——稀释倍数;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

4.1.7 精密度

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值 d ,应符合表 1 要求。

表 1 精密度要求

铬含量范围 mg/kg	d %
<10	≤ 20
≥ 10	≤ 10

4.2 石墨炉法

4.2.1 原理

试样经酸消解使铬溶出,用原子吸收光谱仪在 359.4 nm 处测定其吸光度值,外标法定量。

4.2.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。

- 4.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 的二级水。
- 4.2.2.2 硝酸。
- 4.2.2.3 高氯酸。
- 4.2.2.4 氢氟酸。
- 4.2.2.5 30%过氧化氢。
- 4.2.2.6 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.2.2.7 硝酸溶液(20%):量取 20 mL 硝酸(4.2.2.2),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.2.2.8 硝酸溶液(6 mol/L):量取 43 mL 硝酸(4.2.2.2),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 4.2.2.9 磷酸二氢铵溶液(10.0 mg/mL):称取磷酸二氢铵 1.0 g,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。
- 4.2.2.10 硝酸镁溶液(0.6 mg/mL):称取硝酸镁 60.0 mg,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。
- 4.2.2.11 铬标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取预先于 110 °C 烘箱中干燥 2 h 至恒重的基准重铬酸钾 2.83 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(4.2.2.8)加热溶解,用水转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 6 个月。或购置有证标准物质/标准样品。
- 4.2.2.12 铬标准中间溶液 1(10 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 1 mL 铬标准储备溶液(4.2.2.11)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释、定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 3 个月。
- 4.2.2.13 铬标准中间溶液 2(100 ng/mL):准确移取 1.00 mL 铬标准中间溶液(4.2.2.12)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.2.2.8)稀释定容至刻度,混匀。临用现配。

4.2.2.14 铬标准系列溶液:分别准确移取 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL 的铬标准中间溶液 2(4.2.2.13),于 50 mL 容量瓶中,加入硝酸溶液(4.2.2.8)1 mL,用水定容至刻度,摇匀,配制成质量浓度分别为 0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、30 ng/mL、40 ng/mL、50 ng/mL 的铬标准系列工作溶液,临用现配。

4.2.2.15 高纯氩气:纯度 $>99.999\%$ 。

4.2.3 仪器设备

4.2.3.1 原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器、铬空心阴极灯。

4.2.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

4.2.3.3 粉碎机:刀头、刀片、腔体、筛网不含铬成分。

4.2.3.4 马弗炉:控温精度 $\pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.3.5 可调式电热板。

4.2.3.6 石墨消解仪:带有配套的聚四氟乙烯消化管。

4.2.3.7 微波消解仪:带有配套的聚四氟乙烯消解管。

4.2.3.8 高压消化罐:带有配套的聚四氟乙烯消化管。

4.2.3.9 赶酸仪:可控温,控温精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

注:所用玻璃器具及坩埚先用硝酸溶液(4.2.2.7)浸泡 24 h 后,再用水冲洗干净,晾干使用。

4.2.4 样品

同 4.1.4。

4.2.5 试验步骤

4.2.5.1 试样溶液制备

4.2.5.1.1 前处理方法的选择

不同类型样品的前处理方法按照附录 A 执行。

4.2.5.1.2 干灰化法

同 4.1.5.1.2。

4.2.5.1.3 湿消化法

同 4.1.5.1.3。

4.2.5.1.4 盐酸溶解法

同 4.1.5.1.4。

4.2.5.1.5 高压罐消解法

同 4.1.5.1.5。

4.2.5.1.6 微波消解法

平行做两份试验。配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料(矿物质饲料原料除外)试样称取 0.5 g,精确至 0.000 1 g,置于微波消解罐的消解管中,加入 8 mL 硝酸(4.2.2.2),加盖,放置过夜后,加入 2 mL 30%过氧化氢(4.2.2.5),旋紧管盖,放入微波消解仪,参照附录 B 中 B.1 消解程序消解。消解结束

后,取出,冷却至室温。如果消解管内残酸量过大时,移至赶酸仪于 110 ℃ 下将酸液体积赶至约 2 mL 时,取下,冷却至室温。转移至 50 mL 容量瓶中,用少许水洗涤消解管及管盖 5 次,洗液并入容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。用定量滤纸过滤,滤液待测。同时做空白试验。

4.2.5.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下:

- a) 波长:359.4 nm;
- b) 狭缝宽度:0.50 nm;
- c) 灯电流:7.5 mA;
- d) 背景校正方式:氘灯/塞曼/自吸收;
- e) 干燥温度/时间:95 ℃/35 s;
- f) 灰化温度/时间:1 300 ℃/10 s;
- g) 原子化温度/时间:2 300 ℃/5 s;
- h) 清洁温度/时间:2 400 ℃/4 s。

4.2.5.3 测定

将仪器切换为扣背景方式,优化升温程序至最佳状态,按照 10 μ L 进样量、5 μ L 磷酸二氢铵溶液(4.2.2.9)和 5 μ L 硝酸镁溶液(4.2.2.10)的进样方式(根据所使用的仪器确定进样量)将试样溶液和抗干扰剂注入石墨炉内,在波长 359.4 nm 处,依次测定标准系列溶液(4.2.2.14)、试剂空白溶液和试样溶液的吸光度值,以标准系列工作溶液的质量浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线相关系数 $r \geq 0.995$ 。试样溶液的吸光度值应在标准曲线线性范围内,若超出,参照铬标准系列溶液(4.2.2.14)的酸浓度进行适当稀释(f)后测定。

4.2.6 试验数据处理

试样中铬的含量以质量分数 w_2 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho_3 - \rho_4) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ_3 —— 由标准曲线查得的试样测定溶液中铬的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_4 —— 由标准曲线查得的空白试样溶液中铬的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V —— 试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- f —— 稀释倍数;
- 1 000 —— 换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

4.2.7 精密度

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值 d ,应符合表 2 要求。

表 2 精密度要求

铬含量范围 mg/kg	<i>d</i> %
<10	≤20
≥10	≤10

5 电感耦合等离子体发射光谱法

5.1 原理

试样经酸消解使铬溶出,用电感耦合等离子体发射光谱仪在 267.716 nm 处测定其发射光强度,外标法定量。

5.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。

- 5.2.1 水:符合 GB/T 6682 的二级水。
- 5.2.2 硝酸。
- 5.2.3 高氯酸。
- 5.2.4 氢氟酸。
- 5.2.5 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 5.2.6 硝酸溶液(20%):量取 20 mL 硝酸(5.2.2),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 5.2.7 硝酸溶液(6 mol/L):量取 43 mL 硝酸(5.2.2),用水稀释至 100 mL,混匀。
- 5.2.8 铬标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取预先于 110 °C 烘箱中干燥 2 h 至恒重的基准重铬酸钾 2.83 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(5.2.7)加热溶解,用水转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 6 个月。或购置有证标准物质/标准样品。
- 5.2.9 铬标准中间溶液(10 µg/mL):准确移取 1 mL 铬标准储备溶液(5.2.8)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释、定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 3 个月。
- 5.2.10 铬标准系列溶液:准确移取 0 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、4 mL、8 mL 铬标准溶液(5.2.9)于 50 mL 容量瓶中,加入硝酸溶液(5.2.7)1 mL,用水稀释、定容,混匀。配制成质量浓度分别为 0 µg/mL、0.10 µg/mL、0.20 µg/mL、0.40 µg/mL、0.80 µg/mL、1.60 µg/mL 的标准系列工作溶液,临用现配。
- 5.2.11 高纯氩气:纯度>99.999%。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。
- 5.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。
- 5.3.3 粉碎机:刀头、刀片、腔体、筛网不含铬成分。
- 5.3.4 马弗炉:控温精度±15 °C。
- 5.3.5 可调式电热板。
- 5.3.6 石墨消解仪:带有配套的聚四氟乙烯消化管。
- 5.3.7 高压消化罐:带有配套的聚四氟乙烯消化管。
- 5.3.8 赶酸仪:可控温,控温精度±1 °C。

注：所用玻璃器具及坩埚先用硝酸溶液(5.2.6)浸泡 24 h 或更长时间后，再用水冲洗，晾干。

5.4 样品

同 4.1.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 试样溶液制备

5.5.1.1 前处理方法的选择

不同类型样品的前处理方法按照附录 A 执行。

5.5.1.2 干灰化法

同 4.1.5.1.2。

5.5.1.3 湿消化法

同 4.1.5.1.3。

5.5.1.4 盐酸溶解法

同 4.1.5.1.4。

5.5.1.5 高压罐消解法

同 4.1.5.1.5。

5.5.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下：

- a) 分析波长:267.716 nm；
- b) 观测方式:根据测定需求和仪器的灵敏度可选择采用垂直观测方式或采用水平观测方式；
- c) 功率:1 300 W；
- d) 氩气等离子气流量:14.20 L/min；
- e) 氩气辅助气流量:0.20 L/min；
- f) 氩气雾化气流量:0.80 L/min。

5.5.3 测定

在仪器最佳工作状态下,于 267.716 nm 波长处依次测定标准系列溶液(5.2.10)、空白溶液和试样溶液的发射光强度,以标准系列溶液的质量浓度为横坐标、发射光强度为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线相关系数 $r \geq 0.995$ 。试样溶液的发射光强度应在标准曲线线性范围内,若试样溶液的光强度超出标准曲线线性范围,参照铬标准系列溶液(5.2.10)的酸浓度进行适当稀释(f)后测定。

5.6 试验数据处理

试样中铬的含量以质量分数 w_3 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho_5 - \rho_6) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_5 ——由标准曲线查得的试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 ρ_6 ——由标准曲线查得的空白试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);
 m ——试样质量,单位为克(g);
 f ——稀释倍数;
1 000 ——换算系数。
测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.7 精密度

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该算术平均值的比值 d ,应符合表 3 要求。

表 3 精密度要求

铬含量范围 mg/kg	d %
<10	≤ 20
≥ 10	≤ 10

6 分光光度法



6.1 原理

试样经干灰化、酸溶后,使铬溶出,在氧化剂的作用下使铬离子全部氧化为六价铬离子,再将溶液调至酸性,使六价铬离子(Cr^{6+})与二苯卡巴肼 $[(\text{C}_6\text{H}_5)_2 \cdot (\text{NH})_4 \cdot \text{CO}]$ 生成玫瑰红色络合物,用分光光度计在 540 nm 波长处测量其吸光度值,外标法定量。

6.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。

- 6.2.1 水:符合 GB/T 6682 的二级水。
- 6.2.2 95%乙醇。
- 6.2.3 硝酸溶液(6 mol/L):量取 43 mL 硝酸,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 6.2.4 硫酸溶液(2 mol/L):量取 112 mL 浓硫酸,缓缓加入水中,再加水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 6.2.5 硫酸溶液:量取 100 mL 浓硫酸,缓缓注入 600 mL 水中,加入 1 滴 20 g/L 高锰酸钾溶液(6.2.6),使溶液呈现粉红色。
- 6.2.6 高锰酸钾溶液(20 g/L):称取 2 g 高锰酸钾,溶于水中,加水稀释至 100 mL。
- 6.2.7 氢氧化钠溶液(5 mol/L):称取 40 g 氢氧化钠,溶于 200 mL 水中,混匀。
- 6.2.8 二苯卡巴肼溶液(5 g/L):称取 0.5 g 二苯卡巴肼,溶解于 100 mL 丙酮中,混匀,储存于棕色容量瓶中。
- 6.2.9 铬标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取预先于 110 °C 烘箱中干燥 2 h 至恒重的基准重铬酸钾 2.83 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(6.2.3)加热溶解,用水转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容,混匀。2 °C~8 °C 保存,有效期 6 个月。或购置有证标准物质/标准样品。
- 6.2.10 铬标准中间溶液(2 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 0.2 mL 铬标准储备溶液(6.2.9)于 100 mL 容量瓶中,加

水稀释至刻度,混匀。临用现配。

6.3 仪器设备

6.3.1 分光光度计:配 1 cm 比色皿,可在 540 nm 处测量吸光度。

6.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

6.3.3 粉碎机:刀头、刀片、腔体、筛网不含铬成分。

6.3.4 马弗炉:控温精度 $\pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.5 可调式电热板。

6.4 样品

同 4.1.4。

6.5 试验步骤

6.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。试样称取 2 g~3 g(精确至 0.000 1 g)于瓷坩埚中,放置电热板上炭化至无烟后,转移至 550 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉内灰化 4 h。取出冷却,加入 5 mL 硫酸溶液(6.2.4),在电炉上微沸,内容物全部移入 150 mL 三角瓶中,并用热水冲洗坩埚 3 次,洗涤液并入三角瓶中,加入氢氧化钠溶液(6.2.7) 2.0 mL,再加入 2 滴高锰酸钾溶液(6.2.6),加水使瓶内总体积为 60 mL~70 mL,摇匀,溶液呈紫红色,在电炉上加热煮沸 20 min(在煮沸过程中,如紫红色消退,应及时补加高锰酸钾溶液(6.2.6),使溶液保持紫红色),然后沿壁加入乙醇(6.2.2) 3 mL,摇匀,趁热过滤,滤液置于 100 mL 容量瓶中,用少许水冲洗三角瓶和滤纸 3 次,洗液并入容量瓶中,滤液为试样溶液。同时做空白试验。

6.5.2 标准曲线配制

准确移取 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL、30 mL 铬标准中间溶液(6.2.10),分别置于 100 mL 容量瓶中,加入适量水稀释,依次加入 4 mL 硫酸溶液(6.2.5)和 2.0 mL 二苯卡巴肼溶液(6.2.8),用水定容至刻度,摇匀,静置 30 min,以空白溶液作为参比,用 1 cm 比色皿在 540 nm 波长处用分光光度计测量吸光度,以吸光度为纵坐标、铬标准溶液浓度为横坐标,绘制标准曲线。

6.5.3 测定

在装有试样溶液(6.5.1)的 100 mL 容量瓶中,依次加入 4 mL 硫酸溶液(6.2.5)和 2.0 mL 二苯卡巴肼溶液(6.2.8),用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min,按 6.5.2 测定其吸光度,求得试样溶液铬的含量。

6.6 试验数据处理

试样中铬的含量以质量分数 w_4 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(\rho_7 - \rho_8) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ_7 ——由标准曲线查得的试样测定溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_8 ——由标准曲线查得的空白试样溶液中铬的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

1 000 ——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

6.7 精密度

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:

- 在铬含量小于 10 mg/kg 时,不应超过平均值的 50%;
- 在铬含量大于或等于 10 mg/kg 时,不应超过平均值的 20%。



附 录 A
(规范性)
前处理方法的选择

前处理方法的选择见表 A.1。

表 A.1 前处理方法的选择

序号	前处理方法	适用的饲料产品类型
1	干灰化法	配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料(除矿物质饲料原料外)、含有有机物的饲料添加剂预混合饲料、含有机物的饲料添加剂
2	湿消化法	含有机铬的饲料添加剂
3	盐酸溶解法	矿物质饲料原料、矿物质饲料添加剂、不含有机物的微量元素饲料添加剂、不含有机物的微量元素预混合饲料
4	高压罐消解法	配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料(除矿物质饲料原料外)、含有有机物的饲料添加剂预混合饲料
5	微波消解法	配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、饲料原料(除矿物质饲料原料外)



附 录 B
(资料性)
微波消解参考条件

微波消解参考条件见表 B.1。

表 B.1 微波消解参考条件

步骤	1	2	3
控制温度 /℃	80	120	190
升温时间 /min	5	5	5
保压时间 /min	5	5	15

