

ICS 65.120

B 46

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1873—2013

饲料中铜、铁、锌、锰含量的测定 微波消解-火焰原子吸收光谱法

Feeding Stuffs-Determination of Copper,Iron,Zinc,Manganese-Method Using
Microwave Digestion-Flame Atomic Absorption Spectrometry

地方标准信息服务平台

2013 - 09 - 25 发布

2013 - 12 - 01 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009和GB/T 20001.4-2001给出的规则起草。

本标准由吉林省畜牧业管理局提出并归口。

本标准起草单位：吉林大学。

本标准主要起草人：赵云、张晶、李玉梅、朱航、牛淑玲、史旭东、唐鸿宇、丁雪梅、李莉、魏薇。

地方标准信息服务平台

饲料中铜、铁、锌、锰含量的测定 微波消解-火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定饲料中铜（Cu）、铁（Fe）、锌（Zn）、锰（Mn）含量的测定原理、试剂和溶液、仪器和设备、采样和样品制备、测定步骤、结果表示、检测方法灵敏度、准确度、精密度。

本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和添加剂饲料中铜、铁、锌、锰含量的测定。

各元素含量的检测限如下：

铜、铁、锌、锰：5mg/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，仅所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 13885-2003 动物饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 26814 微波消解装置

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

饲料原料 feed ingredient

以一种动物、植物、微生物和矿物质为来源，经工业化加工或合成（谷物等籽实类可不经加工），但不属于饲料添加剂的饲用物质。

3.2

配合饲料 formula feed

根据饲养动物的营养需要，将多种饲料原料和饲料添加剂按饲料配方经工业化加工的饲料。

3.3

浓缩饲料 concentrate feed

由蛋白质饲料、矿物质饲料和饲料添加剂按一定比例配制的均匀混合物。

3.4

精料补充料 concentrate supplement

为补充以饲喂粗饲料、青饲料、青贮饲料等为主的草食动物的营养，而用多种饲料原料和饲料添加剂按一定比例配制的均匀混合物。

3.5

添加剂预混合饲料 additive premix

由两种（类）或者两种（类）以上营养性饲料添加剂为主，与载体或者稀释剂按照一定比例配制的饲料，包括复合预混合饲料、微量元素预混合饲料、维生素预混合饲料。

3.6

微波消解 microwave digestion

利用微波加热封闭容器中的消解液（各种酸、部分碱液以及盐类）和试样，从而在高温增压条件下使各种样品快速溶解的湿法消化。

4 原理

试样经酸、微波消化后，用去离子水稀释定容，导入原子吸收分光光度计的空气-乙炔火焰中。测定每个元素试样溶液的吸光度和相应标准溶液的吸光度，即可根据标准溶液的浓度计算出试样中待测元素的含量。

5 试剂和溶液

除非另有规定，仅使用优级纯试剂。

5.1 水，应符合 GB/T 6682 二级用水。

5.2 硝酸（HNO₃，分子量 63.01，CAS 号：7697-37-2）。

5.3 标准储备液。

5.3.1 铜标准储备液：1 mg/mL。

5.3.2 铁标准储备液：1 mg/mL。

5.3.3 锌标准储备液：1 mg/mL。

5.3.4 锰标准储备液：1 mg/mL。

5.4 标准溶液。

5.4.1 铜标准溶液：取 20.0 mL 的标准储备液（5.3.1）加入到容量瓶中，用水定容至 1000 mL，此标准溶液中铜的含量为 20 μg/mL。此标准液当天配制当天使用。

5.4.2 铁标准溶液：取 20.0 mL 的标准储备液（5.3.2）加入到容量瓶中，用水定容至 1000 mL，此标准溶液中铁的含量为 20 μg/mL。此标准液当天配制当天使用。

5.4.3 锌标准溶液：取 20.0 mL 的标准储备液（5.3.3）加入到容量瓶中，用水定容至 1000 mL，此标准溶液中锌的含量为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。此标准液当天配制当天使用。

5.4.4 锰标准溶液：取 20.0 mL 的标准储备液（5.3.4）加入到容量瓶中，用水定容至 1000 mL，此标准溶液中锰的含量为 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。此标准液当天配制当天使用。

5.5 标准校正液。

5.5.1 铜标准校正液：用水稀释标准溶液（5.4.1），配制一组适宜的校正溶液。也可以参考使用下述校正溶液：取 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 16.0 mL 标准溶液（5.4.1）于 50 mL 容量瓶中用稀释至刻度，每 1 mL 的标准校正溶液中铜的含量是 0.0, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 μg 。

5.5.2 铁标准校正液：用水稀释标准溶液（5.4.2），配制一组适宜的校正溶液。也可以参考使用下述校正溶液：取 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 16.0 mL 标准溶液（5.4.2）于 50 mL 容量瓶中用稀释至刻度，每 1 mL 的标准校正溶液中铁的含量是 0.0, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 μg 。

5.5.3 锌标准校正液：用水稀释标准溶液（5.4.3），配制一组适宜的校正溶液。也可以参考使用下述校正溶液：取 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 16.0 mL 标准溶液（5.4.3）于 50 mL 容量瓶中用稀释至刻度，每 1 mL 的标准校正溶液中锌的含量是 0.0, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 μg 。

5.5.4 锰标准校正液：用水稀释标准溶液（5.4.4），配制一组适宜的校正溶液。也可以参考使用下述校正溶液：取 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0, 16.0 mL 标准溶液（5.4.4）于 50 mL 容量瓶中用稀释至刻度，每 1 mL 的标准校正溶液中锰的含量是 0.0, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 μg 。

6 仪器和设备

6.1 原子吸收分光光度计，配有测定铜、铁、锌、锰所用空心阴极灯。

6.2 分析天平，感量 ± 0.0001 g。

6.3 微波消解装置，应符合 GB/T 26814 要求。

7 采样和样品制备

7.1 采样

应按 GB/T 14699.1 方法采样，选取具有代表性的试样至少 2 kg。

7.2 样品制备

用四分法缩减至约 250 g，粉碎全部通过 1.00 mm 筛，充分混合均匀，然后装入样品瓶中，密闭保存备用。

8 测定步骤

8.1 试样消解

称取试样 (7.2) 0.5 g, 精确到 0.0001 g, 置于消解罐中, 加入 5 mL 硝酸溶液 (5.2), 盖好安全阀后, 混匀, 消解罐放入微波消解系统中, 根据表 1 设置消解程序, 消解结束, 冷却后转移至 50 mL 容量瓶中定容, 摇匀, 同时做试剂空白试验, 待测。

表1 高效微波消解仪的消解程序

步骤	消解时间(min)	功率(W)	消解温度(°C)
1	5	500~600	90
2	3	500~600	100
3	5	250~300	150
4	10	250~300	170

8.2 仪器工作条件

按照样品测定要求, 相应地调整仪器的工作条件, 铜、铁、锌、锰的测定波长如下:

铜 (Cu): 324.8 nm, 铁 (Fe): 248.3 nm, 锌 (Zn): 213.8 nm, 锰 (Mn): 279.5 nm。

8.3 试样测定

应按照 GB/T 13885 中 8.6.3 规定操作。

9 结果表示

应按照 GB/T 13885 中第 9 章规定表示。

10 检测方法灵敏度、准确度、精密度

10.1 灵敏度

本方法铜、铁、锌、锰的检测限为5 mg/kg。

10.2 准确度

本方法与GB/T 13885比较, 其结果无显著差异。

10.3 精密度

本方法的精密度与GB/T 13885中10.2表3的规定一致。