

ICS 65.120
B 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 13080—2004
代替 GB/T 13080—1991

GB/T 13080—2004

饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

Determination of lead in feeds —Method using atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
GB/T 13080—2004

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2004年9月第一版 2004年9月第一次印刷

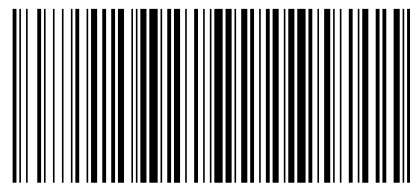
*

书号: 155066·1-21400 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 13080—2004

2004-06-09 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

- 5.3 实验室用样品粉碎机。
- 5.4 原子吸收分光光度计附测定铅的空心阴极灯。
- 5.5 无灰(不释放矿物质的)滤纸。
- 5.6 瓷坩埚(内层光滑没有被腐蚀,使用前用盐酸煮(4.1)。
- 5.7 可调电炉。
- 5.8 平底柱型聚四氟乙烯坩埚(60 cm²)。

6 试样的制备

选取有代表性的样品,至少 500 g,四分法缩分至 100 g,粉碎,过 1 mm 尼龙筛,混匀装入密闭容器中,低温保存备用。

7 分析步骤

7.1 试样溶解

7.1.1 干灰化法

称取约 5 g 制备好的试样,精确到 0.001 g,置于瓷坩埚中(5.6)。将瓷坩埚置于可调电炉上,100℃~300℃缓慢加热炭化至无烟,要避免试料燃烧。然后放入已在 550℃下预热 15 min 的马福炉,灰化 2 h~4 h,冷却后用 2 mL 水将炭化物润湿。如果仍有少量炭粒,可滴入硝酸(4.3)使残渣润湿,将坩埚放在水浴上干燥,然后再放到马福炉中灰化 2 h,冷却后加 2 mL 水。

取 5 mL 盐酸(4.2),开始慢慢一滴一滴加入到坩埚中,边加边转动坩埚,直到不冒泡,然后再快速放入,再加入 5 mL 硝酸(4.3),转动坩埚并用水浴加热直到消化液 2 mL~3 mL 时取下(注意防止溅出),分次用 5 mL 左右的水转移到 50 mL 容量瓶。冷却后,用水定容至刻度,用无灰滤纸过滤,摇匀,待用。同时制备试样空白溶液。

7.1.2 湿消化法

7.1.2.1 盐酸消化法

依据预期含量,称取 1 g~5 g 制备好的试样,精确到 0.001 g,置于瓷坩埚中(5.6)。用 2 mL 水将试样润湿,取 5 mL 盐酸(4.2),开始慢慢一滴一滴加入到坩埚中,边加边转动坩埚,直到不冒泡,然后再快速放入,再加入 5 mL 硝酸(4.3),转动坩埚并用水浴加热直到消化液 2 mL~3 mL 时取下(注意防止溅出),分次用 5 mL 左右的水转移到 50 mL 容量瓶。冷却后,用水定容至刻度,用无灰滤纸过滤,摇匀,待用。同时制备试样空白溶液。

7.1.2.2 高氯酸消化法

称取 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于聚四氟乙烯坩埚(5.8)中,加水湿润样品,加入 10 mL 硝酸(含硅酸盐较多的样品需再加入 5 mL 氢氟酸),放在通风柜里静置 2 h 后,加入 5 mL 高氯酸,在可调电炉上垫瓷砖小火加热,温度低于 250℃,待消化液冒白烟为止。冷却后,用无灰滤纸过滤到 50 mL 的容量瓶中,用水冲洗坩埚和滤纸多次,加水定容至刻度,摇匀,待用。同时制备试样空白溶液。

7.2 标准曲线绘制

分别吸取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL 铅标准工作液(4.5),置于 50 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液(4.2)1 mL,加水定容至刻度,摇匀,导入原子吸收分光光度计,用水调零,在 283.3 nm 波长处测定吸光度,以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

7.3 测定

试样溶液和试剂空白,按绘制标准曲线步骤进行测定,测出相应吸光值与标准曲线比较定量。

8 结果计算

8.1 测定结果按式(1)计算:

前 言

本标准是参考 ISO 6869:2000《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》,并结合国家饲料质量监督检测中心(北京)多年科研实践制定的。

本标准是对 GB/T 13080—1991《饲料中铅的测定方法》的修订。

本标准与 GB/T 13080—1991 主要技术内容差异如下:

——修改了标准名称;

——修改了标准的适用范围;

——对试料前处理进行修订,将不同试料的消化分为干灰化法和湿消化法。干灰化法将灰化温度由 500℃修改为 550℃,灰化时间由 18 h 修改为 3 h~4 h,灰化后试样处理取消高氯酸的使用;

湿消化法根据是否含有机物分盐酸消化法和高氯酸消化法,消化过程中取消硫酸的使用;

——铅标准液配制中称取 1.598 g 硝酸铅取代 0.1598 g 硝酸铅;

——测定方法取消萃取过程,修改为直接上机测定。

本标准自实施之日起代替 GB/T 13080—1991。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国农业大学动物科技学院、国家饲料质量监督检测中心(北京)。

本标准主要起草人:袁建敏、李玉芳、冯于明、聂伟。