



中华人民共和国国家标准

GB/T 13082—2021

代替 GB/T 13082—1991

饲料中镉的测定

Determination of cadmium in feeds

2021-11-26 发布

2022-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



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 13082—1991《饲料中镉的测定方法》，与 GB/T 13082—1991 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了方法的适用范围，增加了石墨炉原子吸收光谱法，以及火焰原子吸收光谱法的检出限和定量限（见第1章，1991年版的第1章）；
- b) 更改了方法原理（见第4章，1991年版的第2章）；
- c) 增加了试样溶液的制备方法（见 8.1.2 和 8.1.3）；
- d) 更改了原子吸收光谱法的试验数据处理（见 9.1、9.2，1991年版的 7.1）；
- e) 更改了精密度的表述（见 10.1、10.2，1991年版 7.3）。

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：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所。

本文件主要起草人：贾铮、徐思远、田静、樊霞、肖志明、陆梅、张晓、李阳、李兰、刘晓露。

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 13082—1991；

——本次为第一次修订。

饲料中镉的测定

1 范围

本文件描述了饲料中镉测定的火焰原子吸收光谱法和石墨炉原子吸收光谱法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、饲料添加剂和饲料原料中镉的测定。

本文件中当取样量 5 g, 定容体积为 50 mL 时, 火焰原子吸收光谱法的检出限为 0.08 mg/kg, 定量限为 0.20 mg/kg; 当取样量 0.5 g, 定容体积为 25 mL 时, 石墨炉原子吸收光谱法的检出限为 0.002 mg/kg, 定量限为 0.05 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 6819—2004 溶解乙炔

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经干灰化或湿消解(微波消解)、或盐酸溶解后, 导入原子吸收分光光度计的火焰或石墨炉原子化器中, 在波长 228.8 nm 处测定吸光度值, 在一定的浓度范围内, 镉浓度与其吸光度值成正比, 标准曲线校准定量。

5 试剂或材料

警告: 使用各种强酸时应在通风橱中进行; 使用高氯酸消解时注意不要烧干, 防止爆炸。

除非另有规定, 仅使用分析纯试剂。

5.1 水: GB/T 6682, 一级。

5.2 硝酸: 优级纯。

5.3 盐酸: 优级纯。

5.4 高氯酸: 优级纯。

5.5 盐酸溶液(6 mol/L): 稀释 500 mL 盐酸(5.3)至 1 000 mL, 混匀。

5.6 硝酸溶液: 稀释 10 mL 硝酸(5.2)至 1 000 mL, 混匀。

- 5.7 硝酸溶液(6 mol/L):稀释 43 mL 硝酸(5.2)至 100 mL,混匀。
- 5.8 硝酸钡溶液(2 mg/mL):称取 0.20 g 硝酸钡,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。
- 5.9 磷酸二氢铵溶液(10 mg/mL):称取磷酸二氢铵 1.00 g,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。
- 5.10 镉标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取 1.000 0 g 金属镉(有证标准物质,纯度 99.99%)于 250 mL 三角瓶中,加硝酸溶液(5.7)10 mL,在电热板上加热全部溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。贮存于聚乙烯瓶中,4 ℃ 保存,有效期为 6 个月。或购置有证标准溶液。
- 5.11 镉标准中间溶液 I (10 μg/mL):准确移取 1 mL 镉标准储备溶液(5.10)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.6)稀释至刻度,混匀。有效期为 1 个月。
- 5.12 镉标准中间溶液 II (100 μg/L):准确移取 1 mL 镉标准中间溶液 I (5.11)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.6)稀释至刻度,混匀。临用现配。
- 5.13 镉标准系列溶液 I :准确移取适量体积的镉标准中间溶液 I (5.11)分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.6)稀释至刻度,混匀,配制成浓度分别为 0 μg/mL、0.02 μg/mL、0.04 μg/mL、0.06 μg/mL、0.08 μg/mL、0.10 μg/mL 的标准系列溶液。临用现配。
- 5.14 镉标准系列溶液 II :准确移取适量体积的镉标准中间溶液 II (5.12)分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.6)稀释至刻度,混匀,配制成浓度分别为 0 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L、3.0 μg/L、4.0 μg/L 的标准系列溶液。临用现配。
- 5.15 乙炔:应符合 GB 6819—2004 中 3.1 的要求。
- 5.16 中速滤纸。

6 仪器设备

- 6.1 原子吸收分光光度计,附火焰/石墨炉原子化器和镉空心阴极灯。
- 6.2 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.01 g。
- 6.3 马福炉:温度能保持在 500 ℃ ± 15 ℃。
- 6.4 瓷坩埚:60 cm³,内壁光滑,没有被腐蚀,无刮痕。
- 6.5 消解管。
- 6.6 可调式电热板或可调式电炉:温度范围 100 ℃ ~ 400 ℃,精度 ± 5 ℃。
- 6.7 微波消解仪:带聚四氟乙烯消解罐。

注:所用的坩埚、消化内罐、玻璃器皿容器先用含清洁剂的热水超声清洗干净后,用水冲洗、晾干,再用硝酸溶液(5.7)浸泡 2 h,用水冲洗干净,晾干后使用。

7 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 孔径的分析筛,装入密闭容器中,备用。饲料添加剂样品的粒度按照相应产品标准规定执行。

8 试验步骤

8.1 试样溶液制备

8.1.1 干灰化法

适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料以及含有机物的添加剂预混合饲料、饲料添加剂和饲料原料。

平行做两份试验。称取试样 5 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中,放置于可调式电热板或可调式电炉上缓慢加热炭化至无烟后,转入 500 ℃马福炉中灰化 5 h,直至试样呈白色或灰白色、无碳粒为止。如发现少量碳粒时,可滴入硝酸溶液(5.7)使残渣润湿,将瓷坩埚移至可调式电热板或可调式电炉上小火干燥,再移至马福炉中继续灰化至试样呈白色或灰白色,无碳粒。

取出坩埚,冷却至室温。吸取 5 mL 盐酸溶液(5.5),逐滴加入到瓷坩埚中,边加边转动,直到溶液无气泡溢出,然后加入剩余盐酸溶液,再加入 5 mL 硝酸溶液(5.7),将瓷坩埚移至可调式电热板或可调式电炉上,缓慢加热直到消化液至 2 mL~3 mL(注意防止溅出)时,取下,冷却至室温。将消化液转移到 50 mL 容量瓶中,用少许水多次冲洗瓷坩埚壁,并入容量瓶中,加水定容,摇匀,过滤,备用。同时做空白试验。

8.1.2 湿消解法

适用于含有机物较多的添加剂预混合饲料、饲料添加剂和饲料原料。

平行做两份试验。称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g)于消解管中,加少量水润湿,加入 10 mL 硝酸(5.2),置于通风橱,静置 2 h 后,加入 5 mL 高氯酸(5.4),在温度低于 250 ℃的可调式电热板或可调式电炉上小火加热消化,待消化液冒白烟为止,取下,冷却。将消化液转移至 50 mL 容量瓶中,用少许水多次冲洗消解管,并入容量瓶中,加水定容,摇匀,过滤,备用。同时做空白试验。

8.1.3 微波消解法

适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料以及含有机物的添加剂预混合饲料、饲料添加剂和饲料原料。

平行做两份试验。称取 0.3 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)于消解罐中,加入 6 mL 硝酸(5.2),旋紧罐盖,放置 2 h 或静置过夜,旋紧罐盖,盖好安全阀,将消解罐放入微波消解仪中,按照表 1 和微波消解仪的操作步骤与程序进行消解。消解结束后,取出,冷却至室温。如果试样消解液中残酸量过大,将其置于可调式电热板或可调式电炉上加热赶酸,至体积 1 mL~2 mL 时,取下,冷却。将消化液转移至 10 mL 或 25 mL 容量瓶中,用少许水多次冲洗消解罐,并入容量瓶中,加水定容,摇匀,过滤,备用。同时做空白试验。

表 1 试样微波消解参考条件

消解方式	消解步骤	控制温度 ℃	升温时间 min	恒温时间 min
微波消解	1	100	5	3
	2	140	5	5
	3	190	5	30

8.1.4 盐酸溶解法

适用于矿物质饲料原料和矿物元素饲料添加剂。

平行做两份试验。称取试样 0.5 g~2 g(精确至 0.000 1 g)于 150 mL 锥形瓶中,加 2 mL 水将试样润湿,取 10 mL 盐酸溶液(5.5),逐滴加入到锥形瓶中,边加边转动,直到溶液无气泡溢出,然后将剩余盐酸溶液全部加入,再加入 5 mL 硝酸溶液(5.7),将锥形瓶移至可调式电热板或可调式电炉小火加热消化至 2 mL~3 mL(注意防止溅出),取下,冷却。将溶液转移至 25 mL 或 50 mL 容量瓶中,用少许水多次冲洗锥形瓶,并入容量瓶中,加水定容,摇匀,过滤,备用。同时做空白试验。

8.2 原子吸收光谱测定参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态,火焰原子吸收光谱法仪器参考条件和石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件分别见表 2、表 3。

表 2 火焰原子吸收光谱法仪器参考条件

仪器工作条件	参数
波长	228.8 nm
狭缝宽度	0.2 nm~1.0 nm
灯电流	2 mA~10 mA
背景校正方式	氘灯/塞曼/自吸收

表 3 石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件

仪器工作条件	参数
波长	228.8 nm
狭缝宽度	0.2 nm~1.0 nm
灯电流	2 mA~10 mA
干燥温度/时间	105 ℃/30 s
灰化温度/时间	250 ℃/5 s
原子化温度/时间	1 700 ℃/3 s~1 900 ℃/3 s
清洁温度/时间	2 200 ℃/3 s
背景校正方式	氘灯/塞曼/自吸收

8.3 测定

8.3.1 火焰原子吸收光谱法

将仪器设置为扣背景模式,并调至最佳工作状态,用水或曲线零点调零,在镉元素特征波长 228.8 nm 处,依次测定空白溶液、镉标准系列溶液 I (5.13)和试样溶液的吸光度值,以镉标准系列溶液 I (5.13)的镉浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线,标准曲线相关系数 $r \geq 0.999$ 。试样溶液的吸光度值应在标准曲线线性范围内,若超出,可参照镉标准系列溶液 I (5.13)的酸浓度进行适度稀释(n 倍)后测定。

8.3.2 石墨炉原子吸收光谱法

将仪器设置为扣背景模式,并调至最佳工作状态,在镉元素特征波长 228.8 nm 处,按照 10 μ L 测试液、5 μ L 硝酸钡溶液(5.8)和 5 μ L 磷酸二氢铵溶液(5.9)的进样方式(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)向石墨炉注入溶液,依次测定空白溶液、镉标准系列溶液 II (5.14)和试样溶液的吸光度值,以镉标准系列溶液 II (5.14)的镉浓度为横坐标,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,可参照镉标准系列溶液 II (5.14)的酸浓度进行适当稀释(n 倍)后测定。

9 试验数据处理

9.1 火焰原子吸收光谱法

试样中镉的含量 w 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(1)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times n \times 1\,000}{m \times 1\,000} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times n}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——试样质量,单位为克(g);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

ρ ——试样测定溶液中镉的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白试液中镉的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

n ——稀释倍数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

9.2 石墨炉原子吸收光谱法

试样中镉的含量 w 以质量分数计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(2)计算:

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times n \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times n}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——试样质量,单位为克(g);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

ρ ——试样测定溶液中镉的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白试液中镉的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

n ——稀释倍数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

10 精密度

10.1 火焰原子吸收光谱法

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 4 要求。

表 4 精密度要求

含量范围/(mg/kg)	$d/\%$
<0.5	≤ 30
$0.5 \sim <1.0$	≤ 15
≥ 1.0	≤ 10

10.2 石墨炉原子吸收光谱法

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 5 要求。

表 5 精密度要求

含量范围/(mg/kg)	$d/\%$
≤ 0.20	≤ 30
$> 0.20 \sim < 0.50$	≤ 15
≥ 0.50	≤ 10

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中镉的测定
GB/T 13082—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

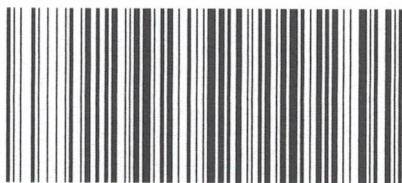
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字
2021 年 11 月第一版 2021 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-68954 定价 16.00 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)68510107



GB/T 13082-2021



码上扫一扫 正版服务到