



中华人民共和国国家标准

GB/T 13080—2004
代替 GB/T 13080—1991

饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

Determination of lead in feeds —Method using atomic absorption spectrometry

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

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。

饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了用原子吸收光谱法对饲料中铅的测定。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、单一饲料、添加剂预混料中铅的测定。

干灰化法适用于含有有机物较多的饲料原料、配合饲料、浓缩饲料中铅的测定。

湿消化法分盐酸消化法和高氯酸消化法。盐酸消化法适用于不含有机物质的添加剂预混料和矿物质饲料中铅的测定。高氯酸消化法适用于含有有机物质的添加剂预混料中铅的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6819 溶解乙炔

3 原理

3.1 干灰化法

将试料在马福炉 $550^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 温度下灰化之后，酸性条件下溶解残渣，沉淀和过滤，定容制成试样溶液，用火焰原子吸收光谱法，测量其在 283.3 nm 处的吸光度，与标准系列比较定量。

3.2 湿消化法

试料中的铅在酸的作用下变成铅离子，沉淀和过滤去除沉淀物，稀释定容，用原子吸收光谱法测定。

4 试剂和材料

除特殊规定外，本方法所用试剂均为分析纯。实验用水符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

警告：各种强酸应小心操作，稀释和取用均在通风橱中进行，使用高氯酸时注意不要烧干，小心爆炸。

4.1 稀盐酸溶液， $c(\text{HCl})=0.6\text{ mol/L}$ 。

4.2 盐酸溶液， $c(\text{HCl})=6\text{ mol/L}$ 。

4.3 硝酸溶液， $c(\text{HNO}_3)=6\text{ mol/L}$ ：吸取 43 mL 硝酸，用水定容至 100 mL 。

4.4 铅标准储备液：准确称取 1.598 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ ，加硝酸溶液(4.3) 10 mL ，全部溶解后，转入 $1\,000\text{ mL}$ 容量瓶中，加水至刻度，该溶液含铅为 1 mg/mL 。标准储备液贮存在聚乙烯瓶中， 4°C 保存。

4.5 铅标准工作液：吸取 1.0 mL 铅标准储备液(4.4)，加入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，此溶液含铅为 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。工作液当天使用当天配制。

4.6 乙炔：符合 GB 6819 的规定。

5 仪器设备

注：所用的容器在使用前用稀盐酸(4.1)煮。如果使用专用的灰化皿和玻璃器皿，每次使用前不需要用盐酸煮。

5.1 马福炉，温度能控制在 $550^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 分析天平：称量精度到 $0.000\,1\text{ g}$ 。

- 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℃缓慢加热灰化至无烟,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:

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times V_1 \times 1\,000}{m \times 1\,000} = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times V_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试料中铅含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——试料消化液总体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ_1 ——测定用试料消化液铅含量的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 ——空白试液中铅含量的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

8.2 每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,结果表示到 0.01 mg/kg。

8.3 重复性

同一分析者对同一试样同时或快速连续地进行两次测定,所得结果与允许相对偏差见表 1:

表 1 分析允许相对偏差

铅含量范围/(mg/kg)	分析允许相对偏差/(%)
≤ 5	≤ 20
$> 5 \sim 15$	≤ 15
$> 15 \sim 30$	≤ 10
> 30	≤ 5