中华人民共和国国家标准

**饲料中镉的测定**

**编制说明**

**（征求意见稿）**

**中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所**

**国家饲料质量监督检验中心（北京）**

**2019年11月19日**

**1. 标准修订背景及任务来源**

**1.1 标准制定背景**

镉，英文cadmium，分子量112.41，原子序数48。镉是环境中毒性最强的重金属元素之一，早在1972年，联合国粮农组织（FAO）和世界卫生组织（WHO）就已将镉列为仅次于黄曲霉毒素和砷的食品污染物，1984年，联合国环境规划署提出的12种具有全球意义的危险化学物质中镉被列为首位。

动物长期采食被镉污染的饲料会引起慢性镉中毒，主要对肝脏、肾脏以及骨骼等部位造成损害，影响钙和磷代谢，导致动物骨骼脱钙，易致骨折。猪镉中毒后脾明显肿大，胃黏膜溃疡及坏死性肠炎，心脏明显肥大，心肌纤维及肝细胞和肾小管上皮细胞浊肿，肺泡气肿、充血和出血，肾呈土黄色，肾盂苍白（韩新燕等，2005）；可引起动物贫血，促使内皮细胞死亡，显著减少内皮细胞的数量，形成剥脱细胞层，也可引起肾近曲小管上皮细胞损害，导致蛋白尿、糖尿和高钙尿等，继而导致钙失衡，发生骨质疏松症；镉易与血红蛋白结合，抑制骨髓造血而引起贫血，还可引起生精上皮退变，影响生殖功能（于炎湖，2001）；微量的镉将降低蛋鸡生产性能和抗氧化功能，且随着时间的增加，这种下降的效应越来越明显（吴文平等，2006；孙涛等，2012），同时镉还易残留于畜产品中，从而通过食物链传递到人体，危害人类健康。

饲料中镉的来源主要包括2个方面：一是饲料原料污染，镉在自然界中主要以硫镉矿形式存在，并常与锌、铅、铜和锰等矿共存，加工质量较差的矿物元素添加剂，如硫酸锌、氧化锌等中镉含量往往较高；磷酸氢钙和杆菌肽锌等原料中也存在一定含量的镉；沸石粉等载体用量较大，其中微量的镉也需引起注意；通常情况下植物原料中镉的含量很低，最高不超过1 mg/kg，与植物性饲料不同，水中生物对镉有较强的富集能力，一般鱼粉中镉的含量要高于植物性饲料，鱼粉含镉量平均高达1.2 mg/kg，而污染海域的鱼粉含镉量可高达25 mg/kg。二是饲料加工过程中的二次污染,在配合饲料生产过程中,使用表面镀镉处理的饲料加工设备、器皿时，酸性饲料可将镉溶出,也可造成饲料的镉污染。国家出台的饲料卫生标准中规定了镉在不同饲料中的含量标准。

在GB 13078-2001《饲料卫生标准》中对镉的含量已有严格规定，如表1：

表1. GB 13078-2001 饲料卫生标准中对镉的含量的要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 卫生指标项目 | 产品名称 | 指标，mg/kg | 试验方法 |
| 镉 | 米糠 | ≤1.0 | GB/T 13082 |
| 鱼粉 | ≤2.0 |
| 石粉 | ≤0.75 |
| 鸡配合饲料，猪配合饲料 | ≤0.5 |

而GB 13078-2017《饲料卫生标准》中对镉的规定有新的变化，细化了产品分类，同时完善了不同饲料原料及饲料产品的镉限量要求，如表2所示。

表2. GB 13078-2017 饲料卫生标准中对镉的含量的要求

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 产品名称 | | 限量，mg/kg | 试验方法 |
| 镉 | 饲料原料 | 藻类及其加工产品 | ≤2 | GB/T 13082 |
| 植物性饲料原料 | ≤1 |
| 水生软体动物及其副产品 | ≤75 |
| 其他动物源性饲料原料 | ≤2 |
| 石粉 | ≤0.75 |
| 其他矿物质饲料原料 | ≤2 |
| 饲料产品 | 添加剂预混合饲料 | ≤5 |
| 浓缩饲料 | ≤1.25 |
| 犊牛、羔羊精料补充料 | ≤0.5 |
| 其他精料补充料 | ≤1 |
| 虾、蟹、海参、贝类配合饲料 | ≤2 |
| 水产配合饲料（虾、蟹、海参、贝类配合饲料除外） | ≤1 |
| 其他配合饲料 | ≤0.5 |

目前，文献报道中镉的检测方法主要有比色法（霸书红，1999）、火焰原子吸收光谱法（张莹和彭菌，1999）、氢化物发生-原子荧光光谱法（HG-AFS）（付佐龙，2009）、固体进样原子荧光法(AFS)（冯礼，2012）、石墨炉原子吸收法（冯尚彩，2004）、电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）（陈伟珍等，2008）、和电感耦合等离子体发射光谱-质谱法（ICP-MS）（王培龙等，2007）等。

国家标准《饲料中镉测定》（GB/T 13082-1991）以萃取法作为前处理方法，达到净化富集，提高检测灵敏度的目的，此方法虽然具有较高的准确度和精密度，但样品处理繁琐、前处理时间长，时效性有待提高。周剑萍（2004）、袁书荣（2009）等对国标GB/T 13082-1991《饲料中镉的测定方法》进行了改进，前处理过程未采用萃取方式，同时缩短干灰化时间，简化了试样溶解操作，经与国标方法进行比较，结果显示，优化的前处理方法与国标方法无显著性差异。吾拉木·古拉洪（2011）采用干灰化法对饲料中镉的测定方法进行了验证试验，在0.05 ～ 1.00 μg/mL质量浓度范围内，方法的线性关系良好，回收率在94.8% ～ 100.3%，精密度在0.6% ～ 4.6%，方法准确、可靠、简便并快速，具有一定的科学性和稳定性。

在检测仪器方面，火焰原子吸收光谱法是检测饲料中镉的常用方法，该方法操作简单，重现性好，但是对于含量低的镉测定灵敏度不足。标准修订过程中，我们在火焰原子吸收方法基础上增加了石墨炉原子吸收光谱法，以解决低含量镉的检测问题。

**1.2 任务来源**

根据全国饲料工业标准化技术委员会下达的饲料工业国家标准修订文件，国家饲料质量监督检验中心（北京）承担了《饲料中镉的测定》标准修订（20061683-T-469），该标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。目前，标准修订过程中的试验及验证工作已经全部完成，现对本标准中文修改的内容作如下说明。

**2. 主要工作过程**

2.1 成立标准编制小组

根据标准制定工作计划，标准起草单位相关人员对国内外有关标准资料进行了系统查新，同时对现行国标的使用情况进行了调研，确定了标准修订工作方案，并组建了标准编制小组，制定工作计划，落实人员与任务分工，详见表3。

表3 标准主要起草人员和任务分工

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **人 员** | **职 称** | **任务分工** |
| 贾 铮 | 助理研究员 | 修订工作总体协调 |
| 徐思远 | 助理研究员 | 火焰原子吸收法检测方法研究 |
| 田 静 | 助理研究员 | 石墨炉原子吸收光谱法检测方法研究 |
| 李 兰 | 副研究员 | 标准文本和编制说明的完善 |
| 肖志明 | 助理研究员 | 方法文献查新 |
| 李 阳 | 助理研究员 | 样品采集、数据收集分析 |
| 刘晓露 | 助理研究员 | 标准文本和编制说明编写 |
| 樊 霞 | 研究员 | 标准征求意见及验证工作 |

2.2 标准修订技术路线和方案制定

根据标准制定工作计划，标准起草单位对国内外有关标准资料进行了系统查新，同时对现行国标的使用情况进行了调研，在标准修订过程汇总征求了部分行业专家的建议和意见，制定了标准修订内容和技术路线。

计算公式、精密度表述

形成标准征求意见稿和编制说明

标准的预审、终审和报批

面向全行业征求专家和同行意见

方法适用范围修订

前处理方法优化

方法定量限确定

两种方法实验条件优化

图1 标准修订技术路线图

2.3 方法学考察及实际样品测定

2018年11月～2019年10月，标准编制小组对镉检测相关技术进展、标准更新情况进行了检索和调研，确定了标准修订总体技术路线；开展了前处理条件优化、两种方法实验条件优化、方法学考察、适用范围确认以及实际样品收集和测定工作。

2.4 编写编制说明和征求意见稿

2019年10月-11月，标准编制小组完成标准文本、编制说明征求意见稿的编制工作。

2.5 征求意见和方法验证

标准编制小组将起草完成的国家标准《饲料中镉的测定》标准文本和编制说明征求意见稿发送至饲料质检体系各单位、大中型饲料企业实验室、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的质检机构、科研院所、高校、企业等单位的专家征求意见。根据征求得到意见和建议，标准编制小组对标准进行认真的修改，形成国家标准《饲料中镉的测定》征求意见稿。

**3. 国家标准编制原则和主要技术内容确定的依据**

**3.1 标准编制原则**

按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编制规则第4部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。在标准查新方面，查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，以保证标准的先进性和衔接性；在实验条件方面，对原实验前处理条件进行了优化，并与原标准进行了比较，以保证标准的科学性，同时加强了前处理的可操作性；在标准修订方面，将前处理条件、方法的定量限、石墨炉原子吸收光谱法及标准文本格式作为本标准的重点修订部分。

**3.2 主要技术内容**

本标准与GB/T 13082-1991相比，主要变化如下：

——修改了方法适用范围（见1，1991版1）。

——增加了火焰原子吸收光谱法、石墨炉原子吸收光谱法的定量限（见1，1991版1）。

——增加了规范性引用文件（见2）。

——修改了原理的表述（见3，1991版2）。

——修改了试验步骤（见7，1991版6）。

——修改了试验数据处理公式（见7.1.4，1991版7）。

——修改了精密度的表述（见7.1.6，1991版7.3）。

——增加了石墨炉原子吸收光谱法（见7.2）。

——增加了附录A，提供了石墨炉原子吸收光谱法仪器设备条件参数（见附录A）。

**3.2.1 适用范围的修改**

将原标准中的：

1 主题内容与适用范围

本标准规定了饲料中镉的测定方法。

本标准适用于饲料中镉的测定。

改为：

1 范围

本标准规定了测定饲料中镉的火焰原子吸收光谱法、石墨炉原子吸收光谱法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料、精料补充料和饲料原料中镉的测定。

**3.3.2 定量限的补充**

当取样量5 g,定容体积50 mL时，火焰原子吸收光谱法的定量限为0.20 mg/kg。当取样量1.0g，定容体积25 mL，石墨炉原子吸收光谱法的定量限为1.0 μg/kg。

**3.3.3 火焰原子吸收光谱法前处理条件的修订**

**3.3.3.1 修订思路**

原标准在试样前处理方面采用干灰化分解样品，之后在酸性条件下，有碘化钾存在时，镉离子与碘离子形成络合物，被甲基异丁酮萃取分离，以火焰原子吸收光谱法进行含量测定。其中，干灰化后的萃取过程主要是起到富集作用，提高进样溶液中镉的浓度，同时通过萃取减少其他物质对待测元素的干扰，在提高方法灵敏度及稳定性。随着检测技术发展和分析仪器的更新换代，现有原子吸收分光光度计的灵敏度、抗干扰能力已大大提升，能够满足日常检测的浓度范围需要。

我们对现行标准方法的使用情况进行了调研，被调研质检机构在前处理方面均对标准方法进行了偏离处理，在灰化后直接稀释定容，上机测定，未采用萃取操作。考虑到镉、铅重金属的物化性质相近，我们参考了《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》（GB/T 13080-2018）的前处理条件，对不同饲料及饲料原料中镉的含量进行测定，以期能够得到理想的测定结果，提高方法的适用性和实际样品测定的可操作性。

**3.3.3.2 线性范围**

分别吸取0 mL、1.0mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL镉标准中间液（4.8）于50.0 mL容量瓶中，加硝酸溶液（4.4）定容至刻度，摇匀，导入原子吸收分光光度计。用水调零，在228.8 nm波长处测定吸光度，以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。标准曲线的相关系数大于0.995，如图2所示。

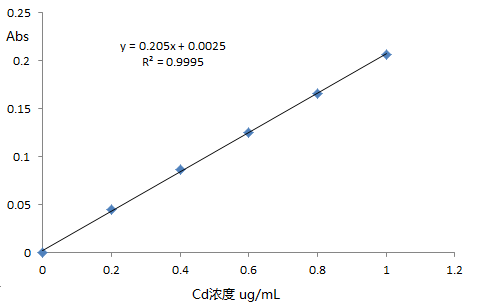


图2 火焰原子吸收测定镉含量的标准曲线图

**3.3.3.3 方法定量限**

首先，考虑检测标准方法与饲料卫生标准中对限值规定的衔接，对于镉的限量值，精料补充料和其它配合饲料最低，为0.5 mg/kg，我们通过不同类型样品进行测定对方法的定量限进行考察，最终确定定量限值为0.2 mg/kg。为了验证定量限的可行性，我们分别以猪配合饲料、 、 为本底，进行了1倍、2倍、5倍定量限的加标回收实验，具体如表1所示：

表1 添加回收实验数据（干灰化法）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 加标量  mg/kg | 测定吸光值 | 本底吸光值 | 测定含量  mg/kg | 回收率  % | RSD  % |
| 0.2 | 0.021 | 0.001 | 0.20 | 100 | 6.0 |
| 0.019 | 0.18 | 90 |
| 0.021 | 0.20 | 100 |
| 0.4 | 0.042 | 0.41 | 102.5 | 5.3 |
| 0.041 | 0.40 | 100 |
| 0.038 | 0.37 | 92.5 |
| 1.0 | 0.102 | 1.01 | 101 | 3.1 |
| 0.096 | 0.95 | 95 |
| 0.100 | 0.99 | 99 |

表2 添加回收实验数据（高氯酸消化法）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 加标量，mg/kg | 测定吸光值 | 本底吸光值 | 测定含量，mg/kg | 回收率，% | RSD，% |
| 0.2 | 0.021 | 0.001 | 0.20 | 100 | 6.0 |
| 0.019 | 0.18 | 90 |
| 0.021 | 0.20 | 100 |
| 0.4 | 0.042 | 0.41 | 102.5 | 5.3 |
| 0.041 | 0.40 | 100 |
| 0.038 | 0.37 | 92.5 |
| 1.0 | 0.102 | 1.01 | 101 | 3.1 |
| 0.096 | 0.95 | 95 |
| 0.100 | 0.99 | 99 |

表3 添加回收实验数据（盐酸溶解法）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 加标量，mg/kg | 测定吸光值 | 本底吸光值 | 测定含量，mg/kg | 回收率，% | RSD，% |
| 0.2 | 0.021 | 0.001 | 0.20 | 100 | 6.0 |
| 0.019 | 0.18 | 90 |
| 0.021 | 0.20 | 100 |
| 0.4 | 0.042 | 0.41 | 102.5 | 5.3 |
| 0.041 | 0.40 | 100 |
| 0.038 | 0.37 | 92.5 |
| 1.0 | 0.102 | 1.01 | 101 | 3.1 |
| 0.096 | 0.95 | 95 |
| 0.100 | 0.99 | 99 |

**3.3.3.4 方法适用性**

为验证修订的前处理方法适用性和可操作性，我们采用多种饲料和饲料原料样品进行测定，并与微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法的测定结果进行对比，结果数据如表2所示：

表2 方法比对实验数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品名称 | 原子吸收光谱法  测定值，mg/kg | ICP-OES法  测定值，mg/kg |
| 仔猪前期配合饲料 | 0.20 | 0.20 |
| 蛋小鸡配合饲料 | 0.24 | 0.25 |
| 鱼配合饲料 | 0.35 | 0.36 |
| 后备奶牛精料补充料 | 0.21 | 0.23 |
| 添加剂 | 0.54 | 0.53 |
| 添加剂 | 0.34 | 0.36 |
| 添加剂预混合饲料 | 1.18 | 1.17 |
| 鱼粉 | 1.25 | 1.27 |
| 豆粕 | 0.30 | 0.32 |
| 花生粕 | 0.35 | 0.36 |
| 添加剂 | 0.26 | 0.25 |
| 犬粮宠物饲料 | 0.30 | 0.30 |
| 羽毛粉 | 0.42 | 0.46 |
| 鸭复合预混合饲料 | 0.52 | 0.48 |
| 猪浓缩饲料 | 0.53 | 0.56 |
| 仔猪后期复合预混合饲料 | 0.22 | 0.21 |
| 玉米粉 | 0.24 | 0.24 |
| 添加剂 | 1.08 | 1.06 |

**3.3.3.5 实验数据处理公式的修改**

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

………………………………（1）

式中：

***ρ*1** —试样溶液中镉的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

***ρ*2** —空白试剂中镉的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

***V*** —试样溶液总体积，单位为毫升（mL）；

***m*** —试样质量，单位为克（g）。

以两个平行样品测定结果的算术平均值报告结果，结果应表示至小数点后两位。

**3.3.3.6 精密度的修改**

在同一实验室，由统一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对统一被测对象相互独立进行测试获得两次独立测试结果的相对偏差，当试样中镉含量小于或等于0.5 mg/kg时，不得大于这两次测定值的算术平均值的20 %；当试样中镉含量大于0.5 mg/kg且小于1 mg/kg时，不得大于这两次测定值的算术平均值的15 %，当试样中镉含量大于1 mg/kg时，不得大于这两次测定值的算术平均值的10%。以大于这两次测定值的算术平均值的百分数的情况不超过5%为前提。

**3.3.4 石墨炉原子吸收光谱法的补充**

**3.3.4.1 修订思路**

我们对现行国内外饲料及食品相关行业的镉方法标准进行了检索分析（见表3），由于部分国外方法均采用电感耦合等离子体质谱/发射光谱法进行多元素联检，因此未在本标准修订工作中提及。与综合考虑不同前处理的准确性、适用性以及可操作性，与其它检测标准的衔接性，确定了干灰化法作为前处理条件的修订思路。我们参考了《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》（GB/T 13080-2018）的石墨炉原子吸收法前处理条件，对不同饲料及饲料原料中镉的含量进行测定，从而验证方法的适用性和可操作性。

表3 镉测定标准方法汇总表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **方法号** | **方法** | **前处理** | **仪器** | **检出限** | **定量限** |
| AOAC Official Method 999.10 | Lead, Cadmium, Copper, Iron,and Zinc in Foods | 微波消解法：称样0.2-0.5g，加5mL硝酸，2mL30%过氧化氢，微波消解，消解后用0.1mol/L硝酸溶解定容 | 石墨炉  原子吸收 | 未给出 | 未给出 |
| AOAC Official Method 999.11 | Determination of Lead, Cadmium, Copper, Iron.,and Zinc in Foods | 干灰化法：称样10-20g，450℃灰化8h后，加5mL 6mol/L盐酸消解，消化后用0.1mol/L硝酸溶解定容 | 石墨炉  原子吸收 | 未给出 | 未给出 |
| GB 13082-91 | 饲料中镉的测定方法 | 1.干灰化法：称样5-10g，500℃灰化16h后，加10mL硝酸消解，消化后用1mol/L盐酸溶解定容后，加2mL碘化钾溶液、 1mL抗坏血酸溶液、5mL甲基异丁酮萃取3-5分钟2. 湿消化法：称样后，加10-15mL硝酸（或盐酸） 在电热板上消解，之后萃取步骤同上 | 火焰原子吸收 | 未给出 | 未给出 |
| DB34/T 1037-2009 | 饲料中镉的测定-石墨炉原子吸收光谱法 | 1.干灰化法：称样1-5g，550℃灰化4h后，加10mL5%硝酸消解，消化后用水溶解定容2.湿消化法：称样1-5g，加10mL5%硝酸消解，消化后用水溶解定容3.微波消解法：称样0.3-0.5g，加5mL硝酸，微波消解，消解后用水定容 | 石墨炉  原子吸收 | 0.1μg/kg | 未给出 |
| GB5009.15-2014 | 食品中镉的测定 | 1.压力消解罐法：称干样0.3-0.5g，湿样1-2g，加5mL硝酸浸泡过夜后，加30%过氧化氢溶液2-3mL，120-160℃保持4-6h，消化液用1%硝酸定容 2.微波消解法：称干样0.3-0.5g，湿样1-2g，加5mL硝酸、2mL30%过氧化氢溶液，微波消解，消化液用1%硝酸定容 3.湿消解法：称干样0.3-0.5g，湿样1-2g，加10mL硝酸-高氯酸混合溶液（9+1）浸泡过夜后，在电热板上消化，消化液用1%硝酸定容 4.干灰化法：称干样0.3-0.5g，湿样1-2g，炭化后500℃灰化6-8小时，用1%硝酸消解，消化液用1%硝酸定容 | 石墨炉  原子吸收 | 0.001mg/kg | 0.003mg/kg |
| NY/T 1100-2006 | 稻米中铅、镉的测定 石墨炉原子吸收光谱法 | 1.湿消解法：称样0.5-2g，加10mL硝酸-高氯酸混合溶液（4+1）浸泡过夜后，在电热板上消化，消化液用水定容 2.微波消解法：称样约0.5g，加5mL硝酸，微波消解，消化液用水定容 | 石墨炉  原子吸收 | 0.0025mg/kg | 0.008-0.1mg/kg |
| SN/T 3958-2014 | 进出口植物提取物中总砷、铅、镉、铜含量的测定方法 | 称样1g，加25mL硝酸-高氯酸混合溶液（4+1）浸泡过夜后，在电热板上消化，消化液用水定容 | 石墨炉  原子吸收 | 未给出 | 0.01mg/kg |
| LS/T6134-2018 | 粮食中镉的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法 | 称样0.2g于离心管中，加5mL0.5%硝酸，充分混匀后，离心或静置后取上清液进行检测 | 石墨炉  原子吸收 | 0.0006mg/kg | 0.0021mg/kg |

**3.3.4.2 线性范围**

配制浓度分别为0.0 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L、3.0 μg/L、4.0 μg/L的镉标准工作液，分别移取20 μL标准工作液注入石墨炉，加入基体改进剂磷酸二氢铵5 μL。用硝酸溶液（4.4）调零，在228.3 nm波长处测定标准系列溶液的吸光度值。以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。标准曲线的相关系数大于0.995，如图3所示。

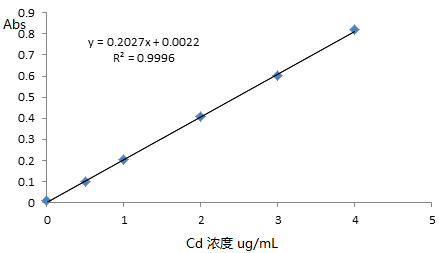


图3 石墨炉原子吸收测镉的标准曲线图

**3.3.4.3 方法定量限**

称取试样1.0 g(精确到0.0001 g)于瓷坩埚中,在100 ℃～300 ℃可调式电热板或可调式电炉上缓慢加热使试样炭化至无烟产生，将瓷坩埚移至550 ℃的马福炉中灰化4 h～6 h，取出坩埚冷却至室温。

吸取5 mL硝酸（4.6）溶液逐滴加入到坩埚中，边加边转动坩埚，直到溶液无气泡溢出，然后将剩余硝酸溶液全部加入。然后将瓷坩埚移至可调式电热板或可调式电炉小火加热消化，直到消化液至2 mL～3 mL（注意防止溅出）取下。冷却后，用水转移到25 mL容量瓶中，加少许水多次冲洗瓷坩埚，洗液并入容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，用无灰滤纸过滤，待用。同时制备试剂空白溶液。

根据国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）对检出限的规定，方法检出限是指通过某一分析方法全部测定过程后（包括样品预处理）被分析物产生的信号能以99%置信度区别于空白样品而被测定出来的最低浓度，一般以产生3倍空白样品测量值标准偏差对应的浓度为检出限。在本试验条件下，将筛选出的本底值低的饲料作为空白样品，测定饲料中镉的方法检出限和定量限。

以3倍多次空白标准偏差除以标准曲线斜率计算得到的检出限为0.012 μg/L，考虑线性范围及对应吸光度值，以3倍检出限作为定量限，当上机浓度为0.036 μg/L时，对应吸光度值为0.01，多次重复测定数据稳定，根据样品称样量和稀释倍数确定方法定量限为1.0 μg/kg。

**3.3.3.5 实验数据处理公式的修改**

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

 ………………………………（2）

式中：

ρ1 —试样溶液中镉的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/L）；

ρ2 —空白试剂中镉的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/L）；

V —试样溶液总体积，单位为毫升（mL）；

m —试样质量，单位为克（g）。

以两个平行样品测定结果的算术平均值报告结果，结果应表示至小数点后两位。

**3.3.3.6 精密度的修改**

在同一实验室，由统一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对统一被测对象相互独立进行测试获得两次独立测试结果的相对偏差，当试样中镉含量小于或等于0.5 mg/kg时，不得大于这两次测定值的算术平均值的20 %；当试样中镉含量大于0.5 mg/kg且小于1 mg/kg时，不得大于这两次测定值的算术平均值的15 %，当试样中镉含量大于1 mg/kg时，不得大于这两次测定值的算术平均值的10%。以大于这两次测定值的算术平均值的百分数的情况不超过5%为前提。

**3.3.3.7 基体改进剂的选择**

由于饲料中的一些基体组分对石墨炉原子吸收光谱法测定存在背景信号，空白值较高，影响低含量测定。因此，需加基体改进剂以获得低含量测定值，实验选择磷酸二氢铵作为基体改进剂，当加入10 g/L磷酸二氢铵作为基体改进剂时，背景值得到有效降低。

**4. 采用国际标准情况**

**5. 结论**

对原标准火焰原子吸收光谱法的前处理方法进行了修订，提高了方法的可操作性。增加石墨炉原子吸收法作为仲裁方法，拓展了饲料中镉含量测定的检测范围。

**6. 验证试验结果**

**7. 采用国际标准**

无。

**8. 与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系**

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。

**9. 标准在编写过程中意见分歧情况**

**10..其他应予说明的事项**

无

**参考文献**

[1]韩新燕,许梓荣,李红文, 等.饲料中加镉对猪生长性能及内脏器官的影响[J].中国粮油学报,2005,20(2):76-79. DOI:10.3321/j.issn:1003-0174.2005.02.020.

[2]于炎湖.警惕饲料中镉的污染与危害[J].中国饲料,2001,(5):20-22. DOI:10.3969/j.issn.1004-3314.2001.05.014.

[3]吴文平,田科雄,左刚.饲料中镉超标对蛋禽生产的危害及对策[J].饲料博览,2006,(7):45-46. DOI:10.3969/j.issn.1001-0084.2006.07.016.

[4]孙涛,代腊,唐飞江, 等.饲料中镉对产蛋鸡生产性能、抗氧化功能及其体内残留的影响[J].畜牧兽医学报,2012,43(2):232-241.

[5]霸书红.双硫腙直接比色法测定废水中的镉[J].沈阳化工,1999:50-52.

[6]张莹,彭茵,陈文兴.水中痕量铅、镉的巯基棉富集-火焰原子吸收光谱测定法[J].环境与健康杂志,2006,23(5):454-455. DOI:10.3969/j.issn.1001-5914.2006.05.024.

[7]付佐龙,王金荣,王晋晋, 等.氢化物发生-原子荧光法测定饲料中的镉[J].中国饲料,2009,(15):33-35. DOI:10.3969/j.issn.1004-3314.2009.15.010.

[8]冯礼,曹小丹,陈慧霞, 等.固体进样原子荧光光度计现场、快速、准确测定大米中镉[J].现代科学仪器,2014,(1):92-95.

[9]司文会,解鹏,王和才.微波密闭消解-石墨炉原子吸收光度法测定骨粉饲料镉[J].中国饲料,2004,(19):34,38. DOI:10.3969/j.issn.1004-3314.2004.19.018.

[10]陈伟珍,陈永生,赖惠琴.微波消解ICP-AES法测定食品中重金属的研究[J].食品研究与开发,2008,29(6):98-100. DOI:10.3969/j.issn.1005-6521.2008.06.027.

[11]王培龙,苏晓鸥,高生, 等.应用电感耦合等离子质谱测定饲料中的微量元素的研究[J].光谱学与光谱分析, 2007, 27(9): 1841 - 1844. DOI: 10.3964/ j.issn. 1000 - 0593.2007.09.044.

[12]周剑萍.火焰原子吸收法测定饲料中镉的含量[J].中国饲料,2004,(9):36-37. DOI:10.3969/j.issn.1004-3314.2004.09.015.

[13]袁书荣,赵莎,陈佩仪.饲料中镉含量国标测定方法的改进研究[J].饲料博览,2009,(7):29-30. DOI:10.3969/j.issn.1001-0084.2009.07.011.

[14]吾拉木·古拉洪.干灰化法代替萃取法测定饲料中镉的方法探讨[J].微量元素与健康研究,2011,28(4):39-40.