



中华人民共和国国家标准

GB/T 17777—2009
代替 GB/T 17777—1999

饲料中钼的测定 分光光度法

Determination of molybdenum in feeds—Spectrophotometry

2009-05-26 发布

2009-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 17777—1999《饲料中钼的测定 分光光度法》。

本标准与 GB/T 17777—1999 相比,主要变化如下:

——增加了单一饲料、浓缩料和精料补充饲料的测定;

——增加了方法的定量限;

——在正文 7.1 中增加了“如果试样待测液铁含量小于 100 μg ,则加入 1 mL 铁溶液”。

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:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:高利红、张勇、刘小敏、杨林、刘云香、黄婷、万文胜。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 17777—1999。

饲料中钼的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了用分光光度法测定饲料中钼的方法。

本标准适用于单一饲料、配合饲料、精料补充饲料及浓缩饲料中钼的测定。方法定量限为 0.2 mg/kg。

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/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 原理

在酸性条件下,硫氰化钾与饲料中的钼络合,形成的络合物用异戊醇萃取,离心后用分光光度计在波长 465 nm 处,以异戊醇为参比测定吸光度,校正空白后,由标准曲线求试样中钼的含量。

4 试剂和溶液

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,水应符合 GB/T 6682 中三级用水的要求。

- 4.1 异戊醇;3-甲基-1-丁醇。
- 4.2 硝酸。
- 4.3 硫酸。
- 4.4 高氯酸。
- 4.5 氨水。
- 4.6 盐酸。
- 4.7 盐酸溶液 I:1+1.85。
- 4.8 盐酸溶液 II:1+1。
- 4.9 甲基橙溶液:5 g/L。
- 4.10 氟化钠饱和溶液:10 g 氟化钠加 200 mL 水中,搅拌溶解,形成饱和溶液,过滤备用。
- 4.11 氯化亚锡溶液(200 g/L):称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液 I(4.7),加热至完全溶解,冷却后,加几粒金属锡,用水稀释至 50 mL 在玻璃瓶内保存。
- 4.12 氯化亚锡溶液(8 g/L):取 4 mL 氯化亚锡溶液(4.11)用水稀释至 100 mL。现配现用。
- 4.13 硫氰化钾溶液(200 g/L):称取 50 g 硫氰化钾溶于水中,稀释至 250 mL。
- 4.14 铁溶液:称取 0.702 2 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加入 1 mL 硫酸(4.3),并用水稀释至 1 000 mL,此溶液含铁 100 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.15 钼标准储备液:称取 0.184 0 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,并用水稀释至 1 000 mL,此溶液含钼 100 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.16 钼标准工作液:准确移取 10 mL 标准储备溶液(4.15),用水稀释至 500 mL,此溶液含钼 2 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器设备

- 5.1 实验室常用仪器设备。
- 5.2 高型烧杯:200 mL。
- 5.3 分液漏斗:125 mL。
- 5.4 分光光度计。
- 5.5 离心机。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 采样,按 GB/T 20195 制备试样,磨碎,通过 0.45 mm 孔筛,混匀,装入密闭容器中,避光低温保存备用。

7 分析步骤

7.1 试液的制备

精确称取试样约 5 g(精确至 0.000 1 g)于 200 mL 高型烧杯中,加入 35 mL 硝酸(4.2),盖上表面皿,静置 15 min,然后在调温电炉上小心加热,注意避免泡沫溢出烧杯,如泡沫冒到表面皿上,立即停止加热,待泡沫平息后,继续加热溶解,直到大部分固体消失为止。冷却至室温,加入 10 mL 硝酸(4.2)和 6 mL 高氯酸(4.4),盖上表面皿,放在调温电炉上缓慢加热,煮沸,注意不要暴沸。继续加热直到溶解完全,这时溶液应无色或浅黄色。溶解完全后,将溶液蒸发直到残渣刚干或稍带湿润为止,取下烧杯,冷却,用少量水冲洗烧杯内壁和表面皿。再放回到电炉上煮沸 3 min,然后移开烧杯,冷却后用少量水冲洗烧杯内壁和表面皿。

加入 2 滴甲基橙(4.9),用氨水(4.5)中和,然后边搅拌边加入盐酸溶液 II(4.8),直至溶液刚好呈酸性,再加 8.2 mL,使最后的溶液含约 3% 盐酸,并加入 2 mL 氟化钠饱和溶液(4.10)。如果试样待测液铁含量小于 100 μg,则加入 1 mL 铁溶液(4.14)。

将溶液转入 125 mL 分液漏斗中,用水稀释至 50 mL,加入 4 mL 硫氰化钾溶液(4.13)充分混合,加入 1.5 mL 氯化亚锡溶液(4.11),再次混匀并用移液管准确加入 15 mL 异戊醇(4.1),盖上分液漏斗并充分振荡 1 min,分层后弃去水相。向有机相中加入新配制的氯化亚锡溶液(4.12)25 mL,轻微振荡 15 s,分层后弃去水相,有机相为试样测试溶液。

每批试样均需同时做试剂空白实验。

7.2 测定

7.2.1 工作曲线的绘制

准确移取钼标准工作溶液(4.16)0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,5.00 mL,10.00 mL,20.00 mL,分别置于 200 mL 高型烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.2)和 6 mL 高氯酸(4.4),以下按 7.1 进行,制备标准溶液系列,测定吸光度。绘制吸光度对钼含量的标准曲线。

7.2.2 试样的测定

取有机相转入离心管,以 2 000 r/min 的转速离心 15 min。取上层清液,以异戊醇作参比,用 1.0 cm 比色皿在分光光度计上、465 nm 波长下,测定吸光度,在工作曲线上查得试样中钼的含量。

8 结果计算

8.1 试样中钼的含量 X ,以质量分数表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——试剂空白中钼的含量,单位为微克(μg);

m_1 ——由曲线查得的钼含量,单位为微克(μg);

m ——试样质量,单位为克(g)。

8.2 平行测定结果用算术平均值表示,结果表示到小数点后两位有效数字。

9 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试,以其算术平均值为测定结果。试样钼含量在 10 mg/kg 以下,允许相对偏差不大于 20%;10 mg/kg~20 mg/kg 时,允许相对偏差不大于 15%;20 mg/kg 以上,允许相对偏差不大于 10%。
