



中华人民共和国国家标准

GB/T 6437—2018
代替 GB/T 6437—2002

饲料中总磷的测定 分光光度法

Determination of phosphorus in feeds—Spectrophotometry

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6437—2002《饲料中总磷的测定 分光光度法》。

本标准与 GB/T 6437—2002 相比,主要技术内容修改如下:

- 删除范围中“除磷酸盐外”的内容(见第 1 章,2002 年版的第 1 章);
- 增加了检出限和定量限(见第 1 章);
- 修订了磷测定方法原理的表述(见第 3 章,2002 年版的第 3 章);
- 增加了磷标准贮备液保存期(见 4.4);
- 修改了采样和试样制备方法(见第 6 章,2002 年版的第 6 章);
- 删除干灰化法中“不适用于含磷酸二氢钙 $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2]$ 的饲料”的内容(见 7.1.1,2002 年版的 7.1.1);
- 修订了标准曲线的范围,由原来的“ $0\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 16\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ”改为“ $0\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 15\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ”(见 7.2,2002 年版的 7.2)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:上海市兽药饲料检测所。

本标准主要起草人:商军、华贤辉、黄土新、陆淳、曹莹、田恺、张浩然、孙冰清。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6437—1992、GB/T 6437—2002。

饲料中总磷的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了饲料中总磷含量测定的分光光度法。

本标准适用于饲料原料及饲料产品中磷的测定。

当取样量 5 g,定容至 100 mL 时,检出限为 20 mg/kg,定量限为 60 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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

试样中的总磷经消解,在酸性条件下与钒钼酸铵生成黄色的钒钼黄 $[(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4\text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 16\text{MoO}_3]$ 络合物。钒钼黄的吸光度值与总磷的浓度成正比。在波长 400 nm 下测定试样溶液中钒钼黄的吸光度值,与标准系列比较定量。

4 试剂或材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

4.1 硝酸。

4.2 高氯酸。

4.3 盐酸溶液:盐酸 + 水 = 1+1(V_1+V_2)。

4.4 磷标准贮备液(50 $\mu\text{g/mL}$)

取 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的磷酸二氢钾,置干燥器中,冷却后,精密称取 0.219 5 g,溶解于水,定量移入 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸 3 mL,加水稀释至刻度,摇匀,即得。置聚乙烯瓶中 4 $^{\circ}\text{C}$ 下可储存 1 个月。

4.5 钒钼酸铵显色剂

称取偏钒酸铵 1.25 g,加水 200 mL 加热溶解,冷却后再加入 250 mL 硝酸(4.1),另称取钼酸铵 25 g,加水 400 mL 加热溶解,在冷却的条件下,将两种溶液混合,用水稀释至 1 000 mL,避光保存,若生成沉淀,则不能继续使用。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 5.2 紫外-可见分光光度计:带 1 cm 比色皿。
- 5.3 高温炉:可控温度在 $\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.4 电热干燥箱:可控温度在 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.5 可调温电炉:1 000 W。

6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取约 200 g,按照 GB/T 20195 制备样品,粉碎后过 0.42 mm 孔径的分析筛,混匀,装入磨口瓶中,备用。

7 试验步骤

7.1 试样的前处理

7.1.1 干灰化法

称取试样 2 g~5 g,精确到 1 mg,置于坩埚中,在电炉上小心炭化,再放入高温炉,在 550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 3 h (或测粗灰分继续进行),取出冷却,加盐酸溶液(4.3)10 mL 和硝酸(4.1)数滴,小心煮沸约 10 min,冷却后转入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,为试样溶液。

7.1.2 湿法消解法

称取试样 0.5 g~5 g,精确到 1 mg,置于凯氏烧瓶中,加入硝酸(4.1)30 mL,小心加热煮沸至黄烟逸尽,稍冷,加入高氯酸(4.2)10 mL,继续加热至高氯酸冒白烟(不得蒸干),溶液基本无色,冷却,加水 30 mL,加热煮沸,冷却后用水转入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,为试样溶液。

7.1.3 盐酸溶解法(适用于微量元素预混料)

称取试样 0.2 g~1 g,精确到 1 mg,置于 100 mL 烧杯中,缓缓加入盐酸溶液(4.3)10 mL,使其全部溶解,冷却后转入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,为试样溶液。

7.2 磷标准工作液的制备

准确移取磷标准贮备液(4.4)0 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、15 mL 于 50 mL 容量瓶中(即相当于含磷量为 0 μg 、50 μg 、100 μg 、250 μg 、500 μg 、750 μg),于各容量瓶中分别加入钒钼酸铵显色剂(4.5)10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,以 0 mL 磷标准溶液为参比,用 1 cm 比色皿,在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以磷含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7.3 试样的测定

准确移取试样溶液 1 mL~10 mL(含磷量 50 μg ~750 μg)于 50 mL 容量瓶中,加入钒钼酸铵显色剂(4.5)10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,用 1 cm 比色皿,在 400 nm 波长下用分光光度计测定试样溶液的吸光度,通过工作曲线上计算试样溶液的磷含量。若试样溶液磷含量超过磷

标准工作曲线范围,应对试样溶液进行稀释。

8 试验数据处理

8.1 结果计算

试样中磷的含量 ω ,以质量分数计,数值以%表示,结果按式(1)计算:

$$\omega = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100\%$$

.....(1)

式中:

- ω —— 试样中磷的含量;
- m_1 —— 通过工作曲线计算出试样溶液中磷的含量,单位为微克(μg);
- V —— 试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- V_1 —— 试样测定时移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 10^6 —— 换算系数。

8.2 结果表示

每个试样称取两个平行样进行测定,以其算术平均值为测定结果,所得到的结果应表示至小数点后两位。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一饲料样品相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值,当试样中总磷含量小于或等于 0.5%时,不得大于这两次测定值的算术平均值的 10%;当试样中总磷含量大于 0.5%时,不得大于这两次测定值的算术平均值的 3%。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。
