

团 体 标 准

T/SATA 028—2022

饲料中多元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of multi elements in feed by inductively
coupled plasma optical emission spectrometry method

2022 - 03 -24 发布

2022 - 04 - 24 实施

深圳市分析测试协会 发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 采样.....	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算.....	3
10 精密度.....	4
11 检出限.....	4
附录A（资料性） 元素的标准溶液系列质量浓度.....	5
附录B（资料性） 样品消解仪参考条件.....	6
附录C（资料性） 各元素推荐使用的分析谱线波长.....	7

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。

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。

本文件由深圳市分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市质量安全检验检测研究院、深圳中检联检测有限公司

本文件主要起草人：钟名琴、陈彤、肖钢军、丁燕玲、黄婷、陈栋、黄永生、叶夏声、熊秀刷、何玉榆。

本文件为首次发布。

饲料中多元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）同时快速测定饲料中钒（V）、锡（Sn）、锑（Sb）、钴（Co）、硒（Se）、钼（Mo）、钛（Ti）、锶（Sr）、锂（Li）、铁（Fe）、铜（Cu）、锌（Zn）、锰（Mn）、镍（Ni）、铝（Al）、钡（Ba）、硼（B）、钙（Ca）、镁（Mg）、钠（Na）、钾（K）、磷（P）等22种元素含量的方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料、饲料原料和饲料添加剂等饲料产品中钒（V）、锡（Sn）、锑（Sb）、钴（Co）、硒（Se）、钼（Mo）、钛（Ti）、锶（Sr）、锂（Li）、铁（Fe）、铜（Cu）、锌（Zn）、锰（Mn）、镍（Ni）、铝（Al）、钡（Ba）、硼（B）、钙（Ca）、镁（Mg）、钠（Na）、钾（K）、磷（P）含量的测定。

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，仅所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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经消解后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，采用外标法，以元素的特征谱线波长定性，依据待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 硝酸（HNO₃）：优级纯或更高纯度。

5.2 30%过氧化氢（H₂O₂）。

5.3 氩气（Ar）：氩气（≥99.995%）或液氩。

5.4 硝酸溶液（5+95）：取50 mL硝酸，缓慢加入950 mL水中，混匀。

5.5 元素贮备液（1000 mg/L）：钒、锡、锑、钴、硒、钼、钛、锶、锂、铁、铜、锌、锰、镍、铝、钡、硼、钙、镁、钠、钾、磷，采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备液。

5.6 混合标准工作溶液：精确吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液，用硝酸溶液（5+95）（5.4）逐级稀释配成混合标准工作溶液系列，各元素质量浓度见附录A。

注：依据样品溶液中元素质量浓度水平，可适当调整标准系列各元素质量浓度范围。

5.7 0.45 μm水相针式滤膜（聚醚砜）。

6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.2 分析天平：感量为0.1 mg。

6.3 微波消解仪：配有聚四氟乙烯消解内罐（使用前用硝酸溶液（1+5）浸泡过夜，用自来水反复冲洗后，用一级水冲洗干净并晾干）。

6.4 可调式控温电热板。

6.5 超纯水制备系统。

6.6 玻璃器皿：使用前用硝酸溶液（1+5）浸泡过夜，用自来水反复冲洗后，用一级水冲洗干净并晾干。

7 采样

根据产品颗粒大小、采样量、容器大小和产品物理状态等特征选择合适的采样设备，采集具有代表性的饲料样品约2 kg或2 L。采样设备和样品容器应清洁、干燥、不受外界气味的影响，且用于制造采样设备和样品容器的材料不影响样品的质量。

实验室得到有代表性的样品十分重要，样品在运输、贮存中不能损坏变质。为防止试样变质及其它变化，应低温保存且确保不受潮。

8 分析步骤

8.1 试样制备

对于固体产品：用四分法缩减至250 g左右，研磨样品直至能全部通过1 mm的筛，混匀，将不少于100 g的试样量装入密闭广口容器，立即良好密封。

对于液体或半液体产品：用机械搅拌器或均质器将样品充分混合后，装入清洁干燥的样品容器（最好是玻璃或塑料材质），密封保存。

保存试样应使样品的变化量最小，干燥条件下避光保存、备用，防止试样变质，避免样品暴露在阳光下及受到温度的影响。

8.2 试样消解（微波消解法）

称取饲料样品0.2 g~0.5 g（精确至0.001 g）于聚四氟乙烯消解内罐中，加入5 mL~7 mL硝酸（5.1），加盖放置过夜后，加入30% H₂O₂（5.2）2 mL，旋紧罐盖，按照微波消解仪标准操作步骤进行消解（消解参考条件见附录B）。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，将消解罐于可调式控温电

热板上150℃赶酸30 min后取下冷却，将消解液移入50.0 mL容量瓶中，并用少量水多次润洗，洗液合并于容量瓶中，定容至刻度，混匀备用（视样液澄清情况考虑是否需经0.45 μm水相针式滤膜（5.7）过滤）；同时做试剂空白。

8.3 仪器参考条件

优化仪器操作条件，使待测元素的灵敏度等指标达到分析要求，编辑测定方法，选择各待测元素合适分析谱线。

仪器操作参考条件如下：

——观测方式：轴向观测方式；若仪器具有双向观测方式，高浓度元素如钙、镁、钾、钠、磷等元素采用径向观测方式，其余采用轴向观测方式。

——功率：1150 W。

——等离子气流量：15 L/min。

——辅助气流量：0.5 L/min。

——雾化气流量：0.60 L/min。

——分析泵速：50 r/min。

各元素推荐使用的分析谱线波长见附录C。

8.4 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线的强度信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，分析谱线强度响应值为纵坐标，绘制标准曲线。其中，V、Sn、Sb、Co、Se、Mo、Ti、Sr、Li的标准溶液系列质量浓度为0.00 mg/L、0.05 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、0.80 mg/L和1.00 mg/L；Fe、Cu、Zn、Mn、Ni、Al、Ba、B的标准溶液系列质量浓度为0.00 mg/L、0.25 mg/L、1.00 mg/L、2.50 mg/L、4.00 mg/L和5.00 mg/L；Ca、Mg、Na、K、P的标准溶液系列质量浓度为0.00 mg/L、2.50 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L、40.0 mg/L和50.0 mg/L。回归曲线的线性相关系数应 ≥ 0.9950 。

8.5 试样溶液的测定

在相同条件下依次将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线强度的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

9 结果计算

试样中各元素的含量 X ，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（1）计算：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——试样溶液中被测元素质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 ——试样空白溶液中被测元素质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样消解液定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，计算结果保留三位有效数字。

10 精密度

样品中各元素含量为2 mg/kg~100 mg/kg (V、Co、Mo、Ti、Sr、Li、Ni、Al、Ba、B)、5 mg/kg~100 mg/kg (Sn、Sb、Se、Fe、Cu、Zn、Mn)、20 mg/kg~100 mg/kg (Ca、Mg、Na、K、P) 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%;

样品中各元素含量为100 mg/kg~1000 mg/kg时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%;

样品中各元素含量 \geq 1000 mg/kg时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

11 检出限

各元素的方法检出限分别为:

V、Co、Mo、Ti、Sr、Li、Ni、Al、Ba、B: 2 mg/kg;

Sn、Sb、Se、Fe、Cu、Zn、Mn: 5 mg/kg;

Ca、Mg、Na、K、P: 20 mg/kg。

附录 A

(资料性)

元素的标准溶液系列质量浓度

序号	元素名称	元素符号	单位	标准系列质量浓度					
				系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	钒	V	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
2	锡	Sn	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
3	锑	Sb	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
4	钴	Co	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
5	硒	Se	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
6	钼	Mo	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
7	钛	Ti	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
8	锶	Sr	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
9	锂	Li	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
10	铁	Fe	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
11	铜	Cu	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
12	锌	Zn	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
13	锰	Mn	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
14	镍	Ni	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
15	铝	Al	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
16	钡	Ba	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
17	硼	B	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
18	钙	Ca	mg/L	0	2.50	10.0	25.0	40.0	50.0
19	镁	Mg	mg/L	0	2.50	10.0	25.0	40.0	50.0
20	钠	Na	mg/L	0	2.50	10.0	25.0	40.0	50.0
21	钾	K	mg/L	0	2.50	10.0	25.0	40.0	50.0
22	磷	P	mg/L	0	2.50	10.0	25.0	40.0	50.0

附 录 B

(资料性)

样品消解仪参考条件

消解方式	步 骤	控制温度 (°C)	升温时间/min	恒温时间
微波消解	1	120	5	10
	2	150	5	10
	3	190	5	20

附 录 C

(资料性)

各元素推荐使用的分析谱线波长

序号	元素名称	元素符号	元素波长 (nm)	序号	元素名称	元素符号	元素波长 (nm)
1	钒	V	292.464	12	锌	Zn	206.200
2	锡	Sn	235.485	13	锰	Mn	257.610
3	锑	Sb	206.836	14	镍	Ni	231.604
4	钴	Co	228.616	15	铝	Al	396.153
5	硒	Se	196.026	16	钡	Ba	233.527
6	钼	Mo	202.031	17	硼	B	249.677
7	钛	Ti	334.940	18	钙	Ca	317.933
8	锶	Sr	407.771	19	镁	Mg	279.077
9	锂	Li	670.784	20	钠	Na	589.592
10	铁	Fe	239.562	21	钾	K	766.490
11	铜	Cu	324.752	22	磷	P	213.617