



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 钼标准溶液:5.00 mg/L。

4.10 钼标准储备液:称取 0.1000 g 钼(以钼元素计)溶于 100 mL 10% 硝酸溶液中,定容至 100 mL。

4.11 钼标准中间液:取 4.10 钼标准储备液 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 10% 硝酸溶液,加水至刻度,摇匀。

4.12 钼标准工作液:取 4.11 钼标准中间液 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.13 硫氰化钾溶液:称取 2.00 g 硫氰化钾溶于水中,定容至 100 mL。

4.14 异戊醇:取 100 mL 异戊醇,加入 10 mL 10% 硝酸溶液,摇匀,作为参比液。

4.15 钼标准储备液:称取 0.1000 g 钼(以钼元素计)溶于 100 mL 10% 硝酸溶液中,定容至 100 mL。

4.16 钼标准中间液:取 4.15 钼标准储备液 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 10% 硝酸溶液,加水至刻度,摇匀。

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

式中:

m_0 ——试剂空白中铅的含量,单位为微克(μg);

m_1 ——由曲线查得的铅含量,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。试样铅含量在 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%。
