

前 言

本标准是 GB/T 6437—1992《饲料中磷的测定》修订版。

本标准干法等效采用美国公职分析家协会(AOAC)《动物饲料中磷的测定》(1995),而湿法是根据原国家标准 GB/T 6437—1992 中 7.12 的规定,在技术内容上尽可能与其保持一致。

本标准与原标准主要差别为:原标准测定波长为“420 nm”,本标准改为“400 nm”。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6437—1992。

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)、四川龙蟒集团有限责任公司。

本标准主要起草人:刘云香、周晓葵、朱洪成、陈大为。

中华人民共和国国家标准

饲料中总磷的测定 分光光度法

GB/T 6437—2002

Determination of phosphorus in feed—Spectrophotometry

代替 GB/T 6437—1992

1 范围

本标准规定了用钼黄分光光度法测定饲料中总磷量的方法。

本标准适用于饲料原料(除磷酸盐外)及饲料产品中磷的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和实验方法(neq ISO 3696:1987)

3 原理

将试样中的有机物破坏,使磷元素游离出来,在酸性溶液中,用钒钼酸铵处理,生成黄色的 $[(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4\text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 16\text{MoO}_3]$ 络合物,在波长 400 nm 下进行比色测定。

4 试剂

实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格,本标准中所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯。

4.1 盐酸溶液:1+1。

4.2 硝酸。

4.3 高氯酸。

4.4 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(4.3),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,用水定容至 1 000 mL,避光保存,若生成沉淀,则不能继续使用。

4.5 磷标准液:将磷酸二氢钾在 105℃干燥 1 h,在干燥器中冷却后称取 0.219 5 g 溶解于水,定量转入 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸 3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即为 50 μg/mL 的磷标准液。

5 仪器和设备

5.1 实验室用样品粉碎机或研钵。

5.2 分样筛:孔径 0.42 mm(40 目)。

5.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.4 分光光度计:可在 400 nm 下测定吸光度。

5.5 比色皿:1 cm。

5.6 高温炉:可控温度在 $(550 \pm 20)^\circ\text{C}$ 。

5.7 瓷坩埚:50 mL。

- 5.8 容量瓶:50、100、1 000 mL。
 5.9 移液管:1.0、2.0、5.0、10.0 mL。
 5.10 三角瓶:250 mL。
 5.11 凯氏烧瓶:125、250 mL。
 5.12 可调温电炉:1 000 W。

6 试样制备

取有代表性试样 2 kg,用四分法将试样缩分至 250 g,粉碎过 0.42 mm 孔筛,装入样品瓶中,密封保存备用。

7 测定步骤

7.1 试样的分解

7.1.1 干法(不适用于含磷酸氢钙[Ca(H₂PO₄)₂]的饲料)

称取试样 2 g~5 g(精确至 0.000 2 g)于坩埚中,在电炉上小心炭化,再放入高温炉,在 550℃灼烧 3 h(或测粗灰分后继续进行),取出冷却,加入 10 mL 盐酸(4.1)和硝酸(4.2)数滴,小心煮沸约 10 min,冷却后转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,为试样分解液。

7.1.2 湿法

称取试样 0.5 g~5 g(精确至 0.000 2 g)于凯氏烧瓶中,加入硝酸(4.2)30 mL,小心加热煮沸至黄烟逸尽,稍冷,加入高氯酸(4.3)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,用水转移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,为试样分解液。

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(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 烧杯中,缓缓加入盐酸(4.1)10 mL,使其全部溶解,冷却后转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,为试样分解液。

7.2 工作曲线的绘制

准确移取磷标准液(4.5)0.0、1.0、2.0、4.0、8.0、16.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,各加钒钼酸铵显色剂(4.4)10 mL,用水稀释到刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,以 0.0 mL 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

准确移取试样分解液 1.0 mL~10.0 mL(含磷量 50 μg~750 μg)于 50 mL 容量瓶中,加入钒钼酸铵显色剂(4.4)10 mL,用水稀释到刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,用 1 cm 比色皿在 400 nm 波长下测定试样分解液的吸光度,在工作曲线上查得试样分解液的磷含量。

8 测定结果的计算及表述

8.1 结果计算

测定结果按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100 = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^4} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——以质量分数表示的磷含量, %;

m_1 ——由工作曲线查得试样分解液磷含量, μg;

V——试样分解液的总体积, mL;

m——试样的质量, g;

V_1 ——试样测定时移取试样分解液体积, mL。

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 允许差

含磷量 0.5% 以下,允许相对偏差 10%;含磷量 0.5% 以上,允许相对偏差 3%。
