

Handbook for
inspecting and testing quality and safety of agro-foods
Feeds and feed-additives volume

农产品质量安全检测手册

饲料及饲料添加剂卷

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 编



出版说明

“民以食为天，食以安为先”，农产品质量安全已成为社会广泛关注的焦点和热点问题。农产品质量安全检验检测体系是农产品质量安全体系的主要技术支撑，在提高农产品质量与安全水平方面发挥着关键和核心作用。它作为科学、技术和实践经验的结晶，为人们对农产品质量安全实施全面、科学、公正的监测、鉴定、评价提供了技术支持和依据。

近几年，随着科技进步和国民经济快速发展，农产品质量安全检测技术发生了重大变化，传统的手工或化学分析检验检测方法已逐渐被快速、操作简便的仪器分析方法所取代，检测技术覆盖范围也由单一的质量指标的检测发展到质量与安全指标的检测。适应新的形势，编写一套具有中国国情和特色的农产品质量安全检测丛书，是满足我国农产品质量监管和农产品贸易的需要。

正是基于这种认识，我们根据多年农产品质量安全检测与评价工作的经验积累，组织编写了《农产品质量安全检测手册》。此次出版包含了谷物及制品卷、油料及制品卷、茶叶卷、果蔬及制品卷、饲料及饲料添加剂卷等五卷，内容涉及谷物、油料、茶叶、果蔬、饲料等产品及制品的常规质量、无机元素、农药残留、食品添加剂、微生物、兽药残留等检验检测。同时，结合农产品的生产、加工、保存、运输等环节，编入了农产品种子检测方法、功能性成分检测方法等。

《农产品质量安全检测手册》的编者都是我国农产品质量安全检测领域的专家。全书编写注重检验检测方法的系统

性、多元性、先进性、时效性和代表性，涉及的检测方法适合农产品质量控制、收购等现场快速检测和国家、部门、科研院所和高等院校专业性实验室精确测定。

《农产品质量安全检测手册》的出版，将对提高我国全民的农产品安全意识，以及农产品质量安全水平起到推动作用，对促进社会主义新农村建设和构建社会主义和谐社会有着重大的现实意义。

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所

2007 年 9 月

前 言

饲料工业的发展，极大地推动了我国畜牧业的发展，进而给我国人民提供了丰富的食物来源。随着我国温饱问题的解决，食物的安全、卫生越来越受到人们的重视，人们已经从对饲料营养的重视过渡到对饲料安全的关注。饲料原料和饲料添加剂的规范使用倍受重视。近年来，有毒有害物质在动物源性食品中的残留导致的突发食品安全事件使我国政府意识到饲料安全问题，为此相继出台了一系列法规和管理办法，如：《饲料和饲料添加剂管理条例》、《饲料药物添加剂使用规范》、《饲料药物条例》、《动物源性饲料产品安全卫生管理办法》和《农业转基因生物安全评价管理办法》等。随着管理监督力度的加大，要求有完善的检测技术和高素质的检测队伍。我国近几年在制定检测标准和培养检测队伍方面做了许多工作。

本书以饲料质量检测现行有效的国家标准、行业标准（主要包括农业行业标准、化工行业标准和出入境检验检疫行业标准）和一些地方标准为基础，并参考了国际标准化组织（ISO）和美国官方分析化学师协会（AOAC）法定方法的部分检测方法，以期饲料分析人员提供最新的、权威的国内外饲料检测方法。

本书共分十章，主要包括：饲料分析基础知识，饲料中常规成分分析，饲料中矿物质、微量元素成分分析，饲料中氨基酸的分析，饲料中维生素的分析，饲料中非营养性添加剂的分析，饲料中药物成分分析，饲料中有毒有害成分分析，饲料中微生物的测定，饲料中牛羊源性成分分析。

本书的编排，是按检测对象、检测目标化合物分类，各个检测方法独立编排，使每个检测方法便于检索和查找。

由于编者水平有限，不当之处在所难免，恳请读者批评指正。

编 者

2007 年 6 月

目 录

第一章 总 论

第一节 检测实验室的一般要求	1
一、实验室环境	1
二、水	1
(一) 分析实验室用水的规格	1
(二) 分析实验室用水的检验方法	2
(三) 分析实验室用水的储存和选用	3
三、试剂	3
(一) 化学试剂的分类和规格	3
(二) 化学试剂的合理选用	5
(三) 化学试剂的使用方法	6
(四) 引起化学试剂变质的原因	6
四、常用器皿	7
(一) 仪器玻璃	7
(二) 石英玻璃仪器	7
(三) 瓷器和非金属材料器皿	8
(四) 铂及其他金属器皿	8
(五) 塑料制品	10
五、仪器设备	10
第二节 检测过程质量保证	13
一、检测结果的数据处理	13
(一) 分析结果的误差	13
(二) 准确度和精密度	14
(三) 可疑数据的取舍	15
(四) 标准曲线的回归	16
二、标准物质	16
(一) 标准物质的定义	16
(二) 标准物质的分类与分级	16
(三) 一些常用的标准物质	17
(四) 标准物质的应用	17
三、分析方法的认证	18
(一) 评价分析方法的基本指标	18

(二) 准确度的论证	19
第三节 饲料样品的采集与制备	20
一、正确采样的意义和原则	20
二、采样方法	20
三、分析样品的制备	21

第二章 饲料中常规成分分析

第一节 粗蛋白的测定	23
一、饲料中粗蛋白含量的测定	23
二、动物和宠物饲料中(粗)蛋白质含量的测定	26
(一) $\text{CuSO}_4\text{-TiO}_2$ 混合催化剂凯氏(Kjeldahl)方法	26
(二) 杜氏(Dumas)法	27
(三) 半自动法	30
(四) 燃烧法	32
第二节 粗脂肪的测定	33
一、饲料中粗脂肪含量的测定	33
二、动物饲料中(粗)脂肪或乙醚浸出物的测定	34
第三节 粗纤维的测定	35
一、饲料中粗纤维含量的测定	35
二、动物和宠物饲料中(粗)纤维含量的测定	37
三、饲料(草)中(酸性洗涤)纤维和(粗)蛋白质含量的测定	39
第四节 水分的测定	41
一、饲料中水分含量的测定	41
二、动物饲料中水分含量的测定	42
(一) 真空干燥法	42
(二) 甲苯蒸馏法	42
(三) 135°C 干燥法	43
(四) 近红外线反射光谱法	43
三、软湿和半湿宠物饲料中水分含量的测定	46
第五节 粗灰分的测定	47
第六节 水溶性氯化物的测定	48

第三章 饲料中矿物质、微量元素成分分析

第一节 矿物质、微量元素类添加剂	51
一、磷酸氢钙的测定	51
(一) 磷含量的测定	51
(二) 钙含量的测定	52

二、磷酸二氢钾含量的测定	53
三、磷酸二氢钙的测定	55
(一) 钙含量的测定 高锰酸钾滴定法	55
(二) 钙含量的测定 乙二胺四乙酸二钠络合滴定法	57
(三) 磷含量的测定	58
(四) 水溶性磷含量的测定	59
四、硫酸铜含量的测定	60
五、硫酸镁含量的测定	61
六、硫酸锌含量和锌含量的测定	62
七、硫酸锰含量的测定	64
八、硫酸亚铁含量和铁含量的测定	65
九、亚硒酸钠含量的测定	67
十、氯化钴含量的测定	68
十一、氧化锌含量的测定	69
十二、碘化钾含量的测定	70
十三、碘酸钙含量的测定	71
十四、轻质碳酸钙中碳酸钙含量和钙含量的测定	72
第二节 饲料中矿物质、微量元素分析	73
一、钙的测定	73
(一) 高锰酸钾滴定法	73
(二) 乙二胺四乙酸二钠络合滴定法	75
二、总磷含量的测定	77
三、钾的测定	79
四、钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌的测定	80
五、钴的测定	84
六、钼的测定	85
七、镉的测定	87
八、铬的测定	89
九、硫的测定	90
十、硒的测定	92
十一、碘的测定	94
 第四章 饲料中氨基酸分析	
第一节 氨基酸类添加剂	97
一、DL-蛋氨酸含量的测定	97
二、L-赖氨酸盐酸盐含量的测定	98
第二节 饲料中氨基酸分析	98
一、复合氨基酸的测定	98
(一) 偏重亚硫酸钠法	98
(二) 过甲酸氧化和氢溴酸水解法	101

(三) 酸水解法	104
(四) 离子交换色谱法	106
二、含硫氨基酸的测定	109
三、有效赖氨酸的测定	111
四、色氨酸的测定	115

第五章 饲料中维生素分析

第一节 维生素类添加剂	117
一、维生素 A 乙酸酯微粒中维生素 A 乙酸酯含量的测定	117
二、维生素 A/ ₃ 微粒的测定	118
(一) 维生素 A 乙酸酯含量的测定	118
(二) 维生素 D ₃ 乙酸酯含量的测定	120
三、维生素 D ₃ 微粒中维生素 D ₃ 含量的测定	124
四、维生素 E 原料中维生素 E 含量的测定	127
五、维生素 E 粉中维生素 E 含量的测定	128
六、维生素 K ₃ (亚硫酸氢钠甲萘醌)含量的测定	130
(一) 紫外分光光度法	130
(二) 高效液相色谱法	131
七、维生素 B ₁ (盐酸硫胺)含量的测定	132
八、维生素 B ₁ (硝酸硫胺)含量的测定	133
九、维生素 B ₂ (核黄素)的测定	134
十、维生素 B ₂ (核黄素)流动性微粒中维生素 B ₂ 含量的测定	134
十一、维生素 B ₆ 含量的测定	136
十二、维生素 B ₁₂ (氰钴胺)粉剂中维生素 B ₁₂ 含量的测定	137
十三、D-泛酸钙含量的测定	138
(一) 全自动电位滴定法	138
(二) 高效液相色谱法	139
十四、烟酸含量的测定	140
(一) 高效液相色谱法	140
(二) 高氯酸电位滴定法	142
(三) 氢氧化钠滴定法	143
十五、烟酰胺含量的测定	143
十六、叶酸含量的测定	144
十七、氯化胆碱的测定	145
(一) 离子色谱法	145
(二) 雷氏盐重量法	147
十八、维生素 C(抗坏血酸)含量的测定	148
第二节 饲料中维生素的分析	149
一、动物饲料中维生素 A 的测定	149
二、维生素 D ₃ 的测定	154
三、维生素 E 的测定	156

四、维生素 B ₁ 的测定	159
(一) 荧光分光光度法	159
(二) 高效液相色谱法	162
五、维生素 B ₂ 的测定	164
(一) 荧光分光光度法	164
(二) 高效液相色谱法	166
六、维生素 B ₆ 的测定	168
七、预混料中维生素 B ₁₂ 的测定	170
八、预混料中 d-生物素的测定	171
(一) 分光光度法	171
(二) 高效液相色谱法	173
九、复合预混料中烟酸、叶酸的测定	174
十、复合预混料中泛酸的测定	176
十一、预混料中氯化胆碱的测定	178
十二、总抗坏血酸的测定	180

第六章 饲料中非营养性添加剂的分析

第一节 非营养性添加剂	183
一、丙酸钠含量的测定	183
二、丙酸钙含量的测定	183
三、乙氧基喹啉含量的测定	184
四、尿素中总氮含量的测定	185
(一) 蒸馏后滴定法	185
(二) 计算法	187
五、甜菜碱盐酸盐含量的测定	189
第二节 饲料中非营养性添加剂分析	189
一、丙酸、丙酸盐的测定	189
二、丁基羟基茴香醚、二丁基羟基甲苯和乙氧喹的测定	191
三、植酸酶活性的测定	194

第七章 饲料中药物成分分析

第一节 兽药	199
一、盐酸克仑特罗的测定	199
(一) 高效液相色谱法	199
(二) 气相色谱质谱法	201
二、西马特罗的测定	203
三、沙丁胺醇的测定	205
四、氯霉素的测定	207
五、磺胺喹啉的测定	209

六、动物饲料中呋喃唑酮含量的测定	211
第二节 农药	217
一、六六六、滴滴涕含量的测定	217
二、动物饲料中有机氯农药残留的测定	222
三、动物饲料中有机磷农药残留的测定	228

第八章 饲料中有毒有害成分分析

第一节 无机有毒有害成分分析	234
一、总砷的测定	234
(一) 银盐法	234
(二) 硼氢化物还原光度法	237
二、铅的测定	240
三、汞的测定	242
(一) 原子荧光光谱分析法	242
(二) 冷原子吸收法	244
四、氟的测定	246
五、氰化物的测定	248
(一) 比色法	248
(二) 滴定法	250
六、亚硝酸盐的测定	251
第二节 有机有毒有害成分分析	253
一、多氯联苯的测定	253
二、游离棉酚的测定	255
三、异硫氰酸酯的测定	257
(一) 气相色谱法	257
(二) 银量法	259
四、噻唑烷硫酮的测定	261
五、混合饲料中黄曲霉毒素 B ₁ 含量的测定	262
六、玉米赤霉烯酮的测定	270

第九章 饲料中微生物的测定

第一节 饲料中沙门氏菌的测定	274
第二节 饲料中霉菌的测定	283
第三节 饲料中细菌总数的测定	286
第四节 平板法计数凝固酶阳性葡萄球菌(金黄色葡萄球菌 和其他种)的测定	289

第五节	平板法计数嗜温乳酸菌的测定	294
-----	---------------------	-----

第十章 饲料中牛羊源性成分分析

第一节	牛羊源性成分的定性检测	297
-----	-------------------	-----

第二节	牛源性成分检测方法	301
-----	-----------------	-----

第三节	羊源性成分检测方法	304
-----	-----------------	-----

第一章 总 论

第一节 检测实验室的一般要求

一、实验室环境

为了确保分析检测的质量,实验室环境应满足以下条件:

(1) 满足该实验室工作任务的要求。其中化学分析室、仪器室应满足相应的仪器设备使用保管的技术要求。一些精密仪器的一般要求为:

- ① 电源电压 $220\text{V}\pm 22\text{V}$, 频率 $50\text{Hz}\pm 0.5\text{Hz}$;
 - ② 室温 $(25\pm 5)^{\circ}\text{C}$;
 - ③ 湿度 $40\%\sim 70\%$;
 - ④ 不能有振动、电磁干扰、阳光直射;
 - ⑤ 仪器室噪声应小于 55dB , 工作间噪声不得大于 70dB 。
- (2) 实验室应有良好的工作环境,保持清洁、整齐,有书面的规章制度可遵循。
- (3) 实验室应有通风设施,实验室应配备必要的安全防护用具,灭火器材。

实验室的环境不合格会直接影响测定结果的准确度。如:温度过低,天平的变动性增大;湿度过大,使电子仪器和光学仪器的性能变差;空气中的微粒和污染成分对痕量分析影响很大,甚至在室内吸烟都会影响分析结果。

二、水

(一) 分析实验室用水的规格

我国国家标准 GB/T 6682—1992《分析实验室用水规格和试验方法》将适用于化学分析和无机痕量分析等试验用水分为 3 个级别:一级水、二级水和三级水。表 1-1 列出了分析实验室各级用水的规格。

表 1-1 分析实验室用水的规格

项 目	一级水	二级水	三级水
外观(目视观察)	无色透明液体		
pH 范围(25°C)	— ^a	— ^a	5.0~7.5
电导率(25°C)/(mS/m)	$\leq 0.01^{\text{b}}$	0.01^{b}	0.50
可氧化物质(以 O 计)/(mg/L)	$< —^{\text{c}}$	0.008	0.4
吸光度($105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$)/(mg/L)	≤ 0.001	0.01	—
蒸发残渣($105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$)/(mg/L)	$\leq —^{\text{c}}$	1.0	2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计)/(mg/L)	< 0.01	0.02	—
^a 由于在一级水、二级水的纯度下,难于测定其真实的 pH,因此,对一级水、二级水的 pH 范围不做规定。			
^b 一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。			
^c 由于在一级水的纯度下,难于测定可氧化物质和蒸发残渣,对其限量不做规定。			
可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。			

(二) 分析实验室用水的检验方法

1. 标准方法简介

(1) pH 范围

量取 100mL 水样,用 pH 计测定 pH(详见 GB/T 9724—1988)。

(2) 电导率

用电导仪测定电导率。一、二级水测定时,配备电极常数为 $0.01\text{cm}^{-1}\sim 0.1\text{cm}^{-1}$ 的“在线”电导池,使用温度自动补偿。三级水测定时,配备电极常数为 $0.1\text{cm}^{-1}\sim 1\text{cm}^{-1}$ 的电导池。

(3) 可氧化物质

量取 1000mL 二级水(或 200mL 三级水)置于烧杯中,加入 5.0mL(20%)硫酸(三级水加入 1.0mL 硫酸),混匀。加入 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)\right]=0.01\text{mol/L}$,混匀,盖上表面皿,加热至沸并保持 5min,溶液粉红色不完全消失。

(4) 吸光度

将水样分别注入 1cm 和 2cm 吸收池中,于 254nm 处,以 1cm 吸收池中的水样为参比,测定 2cm 吸收池中水样的吸光度。若仪器灵敏度不够,可适当增加测量吸收池的厚度。

(5) 蒸发残渣

量取 1000mL 二级水(三级水取 500mL),分几次加入到旋转蒸发器的 500mL 蒸馏瓶中,于水浴上减压蒸发至剩约 50mL 时转移至一个已于 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 质量恒定的玻璃蒸发皿中,用 5mL~10mL 水样分 2 次~3 次冲洗蒸馏瓶,洗液合并入蒸发皿,于水浴上蒸干,并在 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。残渣质量不得大于 1.0mg。

(6) 可溶性硅

试剂:

① 二氧化硅标准溶液: 0.01mg/mL SiO_2 。

② 钼酸铵溶液: $5\text{g}(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$,加水溶解,加入 20mL H_2SO_4 (20%)稀释至 100mL。

③ 草酸: 50g/L 。

④ 对甲氨基酚硫酸盐(米吐尔)溶液:取 0.20g 对甲氨基酚硫酸盐,加 20.0g 焦亚硫酸钠,溶解并稀释至 100mL。有效期 2 周。

以上 4 种溶液均储于聚乙烯瓶中。

测定:量取 520mL 一级水(二级水取 270mL),注入铂皿中,在防尘条件下亚沸蒸发至约 20mL,加 1.0mL 钼酸铵溶液,摇匀,放置 5min 后,加 1.0mL 草酸溶液,摇匀,再放置 1min 后,加 1.0mL 对甲氨基酚硫酸盐溶液,摇匀,转移至 25mL 比色管中,定容。于 60°C 水浴中保温 10min,目视比色,溶液所呈蓝色不得深于 0.50mL 0.01mg/mL SiO_2 标准溶液用水稀释至 20mL 经同样处理的标准比对溶液。

2. 一般检验方法

标准检验方法严格但很费时,一般化验工作用的纯水可用测定电导率法和化学方法检验。

离子交换法制得的纯水可以用电导率仪监测水的电导率,根据电导率确定何时需再生交换柱。

取水样后要立即测定,注意避免空气中的二氧化碳溶于水使水的电导率增大。

也可以用以下的化学方法检验:

(1) 阳离子的检验:取水样 10mL 于试管中,加入 2 滴~3 滴氨缓冲液¹⁾($\text{pH}=10$),2 滴~3 滴铬黑 T 指示剂²⁾如水呈现蓝色,表明无金属阳离子(含有阳离子的水呈现紫红色)。

1) 54g 氯化铵溶于 200mL 水中,加入 350mL 浓氨水,用水稀释至 1L。

2) 5g 铬黑 T 加入 20mL 二叔乙醇胺,以 95%乙醇溶解并稀释至 1L。也可在铬黑 T 指示剂溶液中每 100mL 加入 2mL~3mL 浓氨水,试验中免去加氨缓冲溶液。

(2) 氯离子的检验:取水样 10mL 于试管中,加入数滴硝酸银水溶液(1.7g 硝酸银溶于水中,加浓硝酸 4mL,用水稀释至 100mL),摇匀,在黑色背景下看溶液是否变白色混浊,如无氯离子应为无色透明(注意:如硝酸银溶液未经硝酸酸化,加入水中可能出现白色或变为棕色沉淀,这是氢氧化银或碳酸银造成的)。

(3) 指示剂法检验 pH:取水样 10mL,加甲基红 pH 指示剂¹⁾2 滴不显红色。另取水样 10mL,加溴麝香草酚蓝 pH 指示剂²⁾5 滴不显蓝色即符合要求。

用于测定微量硅、磷等的纯水,应该先对水进行空白试验,才可用于配制试剂。

(三) 分析实验室用水的储存和选用

经过各种纯化方法制得的各种级别的分析实验室用水,纯度越高要求储存的条件越严格,成本也越高,应根据不同分析方法的要求合理选用。表 1-2 列出了国家标准中规定的各级水的制备方法、储存条件及使用范围。

表 1-2 分析实验实用水的制备、储存及使用

级 别	制备与储存 ^a	使 用
一级水	可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 0.2 μ m 微孔滤膜过滤制取 不可储存,使用前制备	有严格要求的分析实验,包括对颗粒有要求的试验,如高压液相色谱分析用水
二级水	可用多次蒸馏或离子交换等方法制取 储存于密闭的、专用聚乙烯容器中	无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水
三级水	可用蒸馏或离子交换等方法制取 储存于密闭的、专用聚乙烯容器中,也可使用密闭的、专用玻璃容器储存	一般化学分析试验
^a 储存水的新容器在使用前需用盐酸溶液(20%)浸泡 2 天~3 天,再用待储存的水反复冲洗,然后注满,浸泡 6h 以上方可使用。		

三、试剂

实验室的分析测试工作经常要使用化学试剂,因此,了解化学试剂的分类、规格、性质及使用知识是非常必要的。

(一) 化学试剂的分类和规格

1. 化学试剂的分类

化学试剂品种繁多,目前还没有统一的分类方法,一般按试剂的化学组成或用途进行分类。表 1-3 列出了化学试剂的分类。

2. 化学试剂的规格与包装

(1) 化学试剂的规格

化学试剂的规格反映试剂的质量,试剂规格一般按试剂的纯度及杂质含量划分若干级别。为了保证和控制试剂产品的质量,国家或有关部门制定和颁布了国家标准(代号 GB)、化工行业标准(代号 HG),没有国家标准和行业标准的产品执行企业标准。为了促进技术进步,增强产品竞争能力,我国化学试剂国家标准的制修订逐步采用了国际标准或国外先进标准。

1) 甲基红指示剂的变色范围 pH4.2~6.3,红→黄。称取甲基红 0.100g 于研钵中研细,加 18.6mL0.02 mol/L 氢氧化钠溶液,研至完全溶解,加纯水稀释至 250mL。
2) 溴麝香草酚蓝指示剂变色范围 pH=6.0~7.6,黄→蓝。称取溴麝香草酚蓝 0.100g,加入 8.0mL 0.02mol/L 氢氧化钠溶液,同上法操作,加纯水稀释至 250mL。

表 1-3 化学试剂分类

序 号	名 称	说 明
1	无机试剂	无机化学品。可细分为金属、非金属、氧化物、酸、碱、盐等
2	有机试剂	有机化学品。可细分为烃、醇、醚、醛、酮、酸、酯、胺等
3	基准试剂	我国将滴定分析用标准试剂称为基准试剂。pH 基准试剂用于 pH 计的校准(定位) 基准试剂是化学试剂中的标准物质。其主成分含量高,化学组成恒定
4	特效试剂	在无机分析中用于测定、分离被测组分的专用有机试剂。如沉淀剂、显色剂、螯合剂、萃取剂等
5	仪器分析试剂	用于仪器分析的试剂,如色谱试剂和制剂、核磁共振分析试剂等
6	生化试剂	用于生命科学研究的试剂
7	指示剂和试纸	滴定分析中用于指示滴定终点,或用于检验气体或溶液中某些物质存在的试剂 试纸是用指示剂或试剂溶液处理过的滤纸条
8	高纯物质	用于某些特殊需要的材料,如半导体和集成电路用的化学品、单晶,痕量分析用试剂,其纯度一般在 4 个“9”(99.99%)以上,杂质总量在 0.01%以下
9	标准物质	用于分析或校准仪器的有定值的化学标准品
10	液晶	既具有流动性、表面张力等液体的特征,又具有光学各向异性、双折射等固态晶体的特征

我国的化学试剂规格按纯度和使用要求分为高纯(有的叫超纯、特纯)、光谱纯、分光纯、基准、优级纯、分析纯和化学纯等 7 种。国家和主管部门颁布质量指标的主要是后 3 种即优级纯、分析纯、化学纯。为了满足各种分析检验的需要,我国已生产了很多种属于标准物质的标准试剂,现列于表 1-4 中。

表 1-4 主要的国产标准试剂

类 别	主 要 用 途
容量分析第一基准	工作基准试剂的定值
容量分析工作基准	容量分析标准溶液的定值
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中作为微量杂质分析的标准
容量分析标准溶液	容量分析法测定物质的含量
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和高精密度 pH 计的校准
pH 基准试剂	pH 计的校准(定位)
热值分析标准	热值分析仪的标定
气相色谱标准	气相色谱法进行定性和定量分析的标准
临床分析标准溶液	临床化验
农药分析标准	农药分析
有机元素分析标准	有机物元素分析

下面介绍各种规格试剂的应用范围。

基准试剂(容量)是一类用于标定滴定分析标准溶液的标准物质,可作为滴定分析中的基准物用,也可精确称量后用直接法配制标准溶液。基准试剂主成分含量一般在 99.95%~100.05%,杂质含量略低于优级纯或与优级纯相当。

优级纯主成分含量高,杂质含量低,主要用于精密的科学研究和测定工作。

分析纯主成分含量略低于优级纯,杂质含量略高,用于一般的科学研究和重要的测定。

化学纯品质较分析纯差,但高于实验试剂,用于工厂、教学实验的一般分析工作。

实验试剂杂质含量更多,但比工业品纯度高。主要用于普通的实验或研究。

高纯、光谱纯及纯度 99.99%(4 个 9 也用 4N 表示)以上的试剂,主成分含量高,杂质含量比优级纯低,且规定的检验项目多。主要用于微量及痕量分析中试样的分解及试液的制备。

分析纯试剂要求在一定波长范围内干扰物质的吸收小于规定值。

(2) 化学试剂的包装与标志

我国国家标准 GB 15346—1994《化学试剂 包装及标志》规定用不同的颜色标记化学试剂的等级及门类,见表 1-5。

表 1-5 化学试剂的标签颜色

级别(沿用)	中文标志	英文标志(沿用)	标签颜色
一级	优级纯	GR	深绿色
二级	分析纯	AR	金光红色
三级	化学纯	CP	中蓝色
—	基准试剂	—	深绿色
—	生物染色剂	—	玫红色

在购买化学试剂时,除了了解试剂的等级外,还需要知道试剂的包装单位。化学试剂的包装单位是指每个包装容器内盛装化学试剂的净质量(固体)或体积(液体)。包装单位的大小根据化学试剂的性质、用途和经济价值而决定的。

我国规定化学试剂以下列 5 类包装单位[固体产品以克(g)计,液体产品以毫升(mL)计]包装:

第一类:0.1g、0.25g、0.5g、1g 或 0.5mL、1mL;

第二类:5g、10g、25g 或 5mL、10mL、20mL、25mL;

第三类:50g、100g 或 50mL、100mL;

第四类:250g、500g 或 250mL、500mL;

第五类:1000g、2500g、5000g 或 1000mL、2500mL、5000mL。

应该根据用量决定购买量,以免造成浪费。如过量储存易燃易爆品,不安全;易氧化及变质的试剂,过期失效;标准物质等贵重试剂,积压浪费。

(二) 化学试剂的合理选用

应根据不同的工作要求合理地选用相应级别的试剂。因为试剂的价格与其级别及纯度关系很大,在满足实验要求的前提下,选用试剂的级别就低不就高。痕量分析要选用高纯或优级纯试剂,以降低空白值和避免杂质干扰,同时,对所用的纯水的制取方法和仪器的洗涤方法也应有特殊的要求。化学分析可使用分析纯试剂。有些教学实验,如酸碱滴定也可用化学纯试剂代替。但配位滴定最好选用分析纯试剂,因试剂中有些杂质金属离子封闭指示剂,使终点难以观察。

表 1-6 列出了我国国家标准中提到的部分仪器分析方法要求使用的试剂规格,供选用试剂时参考。

表 1-6 部分仪器分析方法应选用的试剂规格

分 析 方 法	试 剂 规 格	引 用 标 准
气相色谱法	标准样品主体含量不得低于 99.9%	GB/T 9722—1988
分子吸收分光光度法(紫外可见)	规定了有机溶剂在使用波长下的吸光度	GB/T 9721—1988
无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法	用亚沸蒸馏法纯化分析纯盐酸、硝酸	GB/T 10724—1989
电感耦合高频等离子体原子发射光谱法	用亚沸蒸馏法纯化分析纯盐酸、硝酸	GB/T 10725—1989
阳极溶出伏安法	汞及用量较大的试剂用高纯试剂	GB/T 3914—1983

化学试剂虽然都按国家标准检验,但不同制造厂或不同产地的化学试剂在性能上有时表现出某种差异。有时因原料不同,非控制项目的杂质会造成干扰或使实验出现异常现象。故在做科学实验时要注意产品厂家。另外,在标签上都印有“批号”,不同批号的产品因其制备条件不同,性能也有不同,在某