

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13081—2006
代替 GB/T 13081—1991

GB/T 13081—2006

饲料中汞的测定

Determination of mercury in feeds

中华人民共和国
国家标准
饲料中汞的测定
GB/T 13081—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字

2007年4月第一版 2007年4月第一次印刷

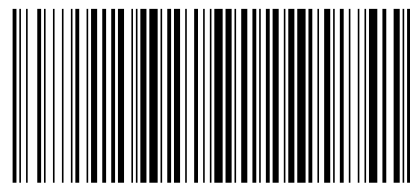
*

书号:155066·1-29190 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 13081—2006

2006-12-12 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准与 GB/T 13081—1991《饲料中汞的测定》的修订版。

本标准与 GB/T 13081—1991 的主要差异如下：

——增加原子荧光光谱分析法并作为仲裁法；

——修订冷原子吸收光谱法中氯化亚锡溶液的配制：按 JJG 548—2004 进行。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 13081—1991。

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），江苏宜兴市天石饲料有限公司。

本标准主要起草人：何一帆、邹三元、刘小敏、杨林、杨先奎。

本标准于 1991 年首次发布为国家标准 GB 13081—1991。1997 年调整为非强制性标准，编号改为 GB/T 13081—1991。本次修订是该标准的第一次修订。

5 第二法 冷原子吸收光谱法

5.1 原理

在原子吸收光谱中,汞原子对波长为 253.7 nm 的共振线有强烈的吸收作用。试样经硝酸-硫酸消化使汞转为离子状态,在强酸中,氯化亚锡将汞离子还原成元素汞,以干燥清洁空气为载体吹出,进行冷原子吸收,与标准系列比较定量。

5.2 试剂和溶液

除特殊规定外,本标准所用试剂均为分析纯,水为去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 二级用水的规定。

5.2.1 硝酸(优级纯)。

5.2.2 盐酸(优级纯)。

5.2.3 硫酸(优级纯)。

5.2.4 10%氯化亚锡溶液:按 JJG 548—2004 配制,称取 10 g 氯化亚锡(优级纯),加 20 mL 浓盐酸(5.2.2),微微加热使其溶解透明,加水稀释至 100 mL,现用现配。

5.2.5 混合酸液:量取 10 mL 硫酸(5.2.3),加入 10 mL 硝酸(5.2.1),慢慢倒入 50 mL 水中,冷后加水稀释至 100 mL。

5.2.6 汞标准贮备液:同 4.2.8。

5.2.7 汞标准工作液:吸取 1.0 mL 汞标准贮备液(5.2.6),置于 100 mL 容量瓶中,加混合酸液(5.2.5)稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 10 μg 汞。再吸取此液 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加混合酸液(5.2.5)稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 0.1 μg 汞,现用现配。

5.3 仪器、设备

5.3.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3.2 实验室用样品粉碎机或研钵。

5.3.3 消化装置。

5.3.4 测汞仪。

5.3.5 三角烧瓶:250 mL。

5.3.6 容量瓶:100 mL。

5.3.7 还原瓶:50 mL(测汞仪附件)。

5.4 测定步骤

5.4.1 试样处理

称取 1 g~5 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于三角烧瓶(5.3.5)中,加玻璃珠数粒,加 25 mL 硝酸(5.2.1),5 mL 硫酸(5.2.3),转动三角烧瓶(5.3.5)并防止局部碳化,装上冷凝管,小火加热,待开始发泡即停止加热,发泡停止后,再加热回流 2 h。放冷后从冷凝管上端小心加 20 mL 水,继续加热回流 10 min,放冷,用适量水冲洗冷凝管,洗液并入消化液。消化液经玻璃棉或滤纸滤于 100 mL 容量瓶(5.3.6)内,用少量水洗三角烧瓶(5.3.5)和滤器,洗液并入容量瓶(5.3.6)内,加水至刻度,混匀。取试样相同量的硝酸(5.2.1)、硫酸(5.2.3),同法做试剂空白试验。

若为石粉,称取约 1 g 试样,精确到 0.001 g,置于三角瓶(5.3.5)中,加玻璃珠数粒,装上冷凝管后,从冷凝管上端加入 15 mL 硝酸(5.2.1),用小火加热 15 min,放冷,用适量水冲洗冷凝管,移入 100 mL 容量瓶(5.3.6)内,加水至刻度,混匀。

5.4.2 标准曲线绘制

吸取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL、0.50 mL 汞标准工作液(相当于 0 μg、0.01 μg、0.02 μg、0.03 μg、0.04 μg、0.05 μg 的汞),置于还原瓶(5.3.7)内,各加 10 mL 混合酸液(5.2.4),加 2 mL 氯化亚锡溶液(5.2.4)后立即盖紧还原瓶(5.3.7)2 min,记录测汞仪读数指示器最大吸光度。以

饲料中汞的测定

1 范围

本标准规定了配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料及饲料添加剂中汞的测定方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、预混合饲料及饲料添加剂中汞的测定。

原子荧光光谱分析法:检出限 0.15 μg/kg,标准曲线最佳线性范围 0 μg/L~60 μg/L;冷原子吸收的检出限:压力消解法为 0.4 μg/kg,其他消解法为 10 μg/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 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

JJG 548—2004 测汞仪检定规程

3 试样的采样和制备

样品的采样按 GB/T 14699.1 的规定进行,样品的制备按 GB/T 20195 的规定进行。

4 第一法 原子荧光光谱分析法(仲裁法)

4.1 原理

试样经酸加热消解后,在酸性介质中,试样中汞被硼氢化钾(KBH₄)或硼氢化钠(NaBH₄)还原成原子态汞,由载气(氙气)带入原子化器中,在特制汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,与标准系列比较定量。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,水为去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 二级用水的规定。

4.2.1 硝酸(优级纯)。

4.2.2 30%过氧化氢。

4.2.3 硫酸(优级纯)。

4.2.4 混合酸液 硫酸+硝酸+水(1+1+8):量取 10 mL 硝酸(4.2.1)和 10 mL 硫酸(4.2.3),缓缓倒入 80 mL 水中,冷却后小心混匀。

4.2.5 硝酸溶液:量取 50 mL 硝酸(4.2.1),缓缓倒入 450 mL 水中,混匀。

4.2.6 氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 氢氧化钾,溶于水中,稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.7 硼氢化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 硼氢化钾,溶于 5.0 g/L 的氢氧化钾溶液中,并稀释至 1 000 mL,混匀,现用现配。

4.2.8 汞标准储备溶液:按 GB/T 602—2002 中规定进行配制,或者选用国家标准物质——汞标准溶液(GBW 08617),此溶液每毫升相当于 1 000 μg 汞。