

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13079—2006
代替 GB/T 13079—1999

GB/T 13079—2006

饲料中总砷的测定

Determination of total arsenic in feeds

中华人民共和国
国家标准
饲料中总砷的测定
GB/T 13079—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 15 千字

2007年4月第一版 2007年4月第一次印刷

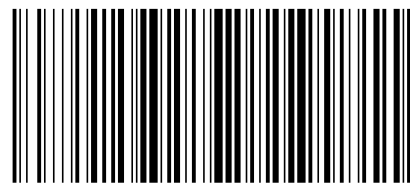
*

书号:155066·1-29406 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 13079—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

6.4.1.1 混合酸消解法

配合饲料及单一饲料,宜采用三酸消解法。称取试样 2.0 g~3.0 g(精确到 0.000 1 g),于 250 mL 凯氏瓶中,加水少许湿润试样,加 25 mL 混合酸溶液(B)(6.2.1),置电炉上从室温开始消解,待样液煮沸后,关闭电炉 10 min~15 min,继续加热消解,直至冒白烟(SO₃)数分钟,此时溶液应清亮无色或淡黄色,体积近似硫酸用量,残渣为白色。稍冷,转移到 100 mL 砷化氢发生器中,洗涤凯氏瓶 3 次~4 次,用水洗液并入发生器中,使瓶内溶液体积为 30 mL 左右。以下按 6.4.2、6.4.3 操作步骤进行。

同时于相同条件下,做试剂空白实验。

注:消解时赶尽硝酸,否则结果偏低。

6.4.1.2 盐酸溶样法

矿物元素饲料添加剂不宜加硫酸,应用盐酸溶样。称取试样 0.5 g~2.0 g(精确到 0.000 1 g)于发生器中,慢慢滴加 5 mL 盐酸溶液(5.2.11),待激烈反应过后,再缓慢加入 3 mL~4 mL 盐酸,用水稀释至约 30 mL 煮沸。试样溶解后按 6.4.2、6.4.3 操作步骤进行。

同时于相同条件下,做试剂空白实验。

6.4.1.3 干灰化法

添加剂预混合饲料、浓缩饲料、配合饲料、单一饲料及饲料添加剂可选择干灰化法。

称取试样 1.0 g~2.0 g(精确到 0.000 1 g)于 30 mL 瓷坩埚中,低温碳化完全后转入高温炉中,于 550 ℃恒温灰化 3 h。取出冷却,缓慢加入 10 mL 盐酸溶液(5.2.11),待激烈反应过后煮沸并转移到砷化氢发生器中,加水至 30 mL 左右,加入 1 g 抗坏血酸(5.2.7)溶解后,以下按 6.4.2、6.4.3 操作步骤进行。

同时于相同条件下,做试剂空白实验。

6.4.2 氨水(1+1)调溶液 pH 值

发生器中加入 2 滴甲基橙指示剂(6.2.2),用氨水(1+1)(6.2.3)调 pH 值至橙色,再滴加盐酸溶液(5.2.10)至刚好变红色。加入 6.0 mL 酒石酸溶液(6.2.4),用水稀释至 50 mL。

6.4.3 还原反应与比色测定

准确吸取 5.00 mL 吸收液于吸收瓶中,连接好发生吸收装置(勿漏气,导管塞有膨松的乙酸铅棉花),从发生器侧管迅速加入硼氢化钾一片,立即盖紧塞子,反应完毕再加第二片。反应时轻轻摇动发生器 2 次~3 次,待反应结束后,以原吸收液(5.2.16)为参比,在 520 nm 处,用 1 cm 比色池测定。

注:还原反应时,应防止有毒砷化氢气体泄漏。

6.4.4 标准曲线绘制

准确吸取砷标准工作溶液(1.0 μg/mL)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 于发生瓶中,加水至 40 mL,加入 6 mL 酒石酸溶液(6.2.4),以下按 6.4.3 规定步骤操作,测其吸光度,求出回归方程各参数或绘制出标准曲线。

6.5 分析结果的计算与表述

同 5.5。

7 氢化物原子荧光光度法(快速法)

7.1 原理

样品经酸消解或干灰化破坏有机物,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在特制砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比,与标准系列比较定量。

7.2 试剂溶液

7.2.1 氢氧化钠溶液(0.5%)。

7.2.2 硼氢化钠(NaBH₄)溶液(1%):称取硼氢化钠 10.0 g,溶于氢氧化钠溶液(7.2.1)1 000 mL 中,

前 言

本标准是 GB/T 13079—1999《饲料中总砷的测定》的修订版。

本标准与 GB/T 13079—1999 的主要技术差异如下:

——增加最低检测浓度;

——增加硫酸铜、碱式氯化铜的前处理;

——修改分析结果的计算与表述;

——添加氢化物原子荧光光度法。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 13079—1999。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(北京)、成都蜀星饲料有限公司。

本标准主要起草人:王彤、田静、高生、范理、李玉芳、苏晓鸥、王韶辉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 13079—1991;

——GB/T 13079—1999。

酸铅溶液(5.2.12)并煮沸,静置 20 min,形成的硫化铅沉淀过滤除之,滤液定容至 50 mL,以下按 5.4.3 规定步骤进行。

同时于相同条件下,做试剂空白实验。

5.4.1.2.2 硫酸铜、碱式氯化铜溶样:称取试样 0.1 g~0.5 g(精确到 0.000 1 g)于砷化氢发生器中(若遇砷含量高的样品时,应先定容,适当分取试样,使试液中砷含量在工作曲线之内),加 5 mL 水溶解,加 2 mL 乙酸(5.2.5)及 1.5 g 碘化钾(5.2.6),放置 5 min 后,加 0.2 g L-抗坏血酸(5.2.7)使之溶解,加 10 mL 盐酸,然后用水稀释至 40 mL,摇匀,按 9.3 规定步骤操作。

同时于相同条件下,做试剂空白实验。

5.4.1.3 干灰化法

添加剂预混合饲料、浓缩饲料、配合饲料、单一饲料及饲料添加剂可选择干灰化法。

称取试样 2 g~3 g(精确到 0.000 1 g)于 30mL 瓷坩埚中,加入 5 mL 硝酸镁溶液(5.2.13),混匀,于低温或沸水浴中蒸干,低温碳化至无烟后,然后转入高温炉于 550 °C 恒温灰化 3.5 h~4 h。取出冷却,缓慢加入 10 mL 盐酸溶液(5.2.11),待激烈反应过后,煮沸并转移到 50 mL 容量瓶中,用水洗涤坩埚 3 次~5 次,洗液并入容量瓶中,定容,摇匀,待测。

所称试样含砷小于 10 μg 时,可直接转移到发生器中,补加 8 mL 盐酸,加水至 40 mL 左右,加入 1 g 抗坏血酸(5.2.7)溶解后,按 5.4.3 规定步骤操作。

同时于相同条件下,做试剂空白实验。

5.4.2 标准曲线绘制

准确吸取砷标准工作溶液(1.0 μg/mL)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于发生瓶中,加 10 mL 盐酸,加水稀释至 40 mL,从加入 2 mL 碘化钾起,以下按 5.4.3 规定步骤操作,测其吸光度,求出回归方程各参数或绘制出标准曲线。当更换锌粒批号或新配制 Ag-DDTC 吸收液、碘化钾溶液和氯化亚锡溶液,均应重新绘制标准曲线。

5.4.3 还原反应与比色测定

从 5.4.1.1、5.4.1.2、5.4.1.3 处理好的待测液中,准确吸取适量溶液(含砷量应≥1.0 μg)于砷化氢发生器中,补加盐酸至总量为 10 mL,并用水稀释到 40 mL,使溶液盐酸浓度为 3 mol/L,然后向试样溶液、试剂空白溶液、标准系列溶液各发生器中,加入 2 mL 碘化钾溶液(5.2.14),摇匀,加入 1 mL 氯化亚锡溶液(5.2.15),摇匀,静置 15 min。

准确吸取 5.00 mL Ag-DDTC 吸收液于吸收瓶中,连接好发生吸收装置(勿漏气,导管塞有膨松的乙酸铅棉花)。从发生器侧管迅速加入 4 g 无砷锌粒,反应 45 min,当室温低于 15 °C 时,反应延长至 1 h。反应中轻摇发生瓶 2 次,反应结束后,取下吸收瓶,用三氯甲烷定容至 5 mL,摇匀,测定。以原吸收液(5.2.16)为参比,在 520 nm 处,用 1 cm 比色池测定。

5.5 分析结果的计算与表达

5.5.1 结果计算

试样中总砷含量 X,以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_3) \times V_1 \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——试样消解液定容总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

A_1 ——测试液中含砷量,单位为微克(μg);

A_3 ——试剂空白液中含砷量,单位为微克(μg);

m ——试样质量,单位为克(g)。

若样品中砷含量很高,可用式(2)计算:

饲料中总砷的测定

1 范围

本标准规定了饲料中总砷的测定方法。

本标准适用于各种配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料、单一饲料及饲料添加剂。

最低检测浓度:银盐法为 0.04 mg/kg;硼氢化物还原光度法为 0.04 mg/kg;原子荧光光度法为 0.010 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 采样

按 GB/T 14699.1 执行。

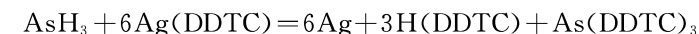
4 试样制备

按 GB/T 20195 执行。

5 银盐法(仲裁法)

5.1 原理

样品经酸消解或干灰化破坏有机物,使砷呈离子状态存在,经碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷,然后被锌粒和酸产生的新生态氢还原为砷化氢。在密闭装置中,被二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDTC)的三氯甲烷溶液吸收,形成黄色或棕红色银溶胶,其颜色深浅与砷含量成正比,用分光光度计比色测定。形成胶体银的反应如下:



5.2 试剂和溶液

以下试剂除特别注明外,均为分析纯,水应符合 GB/T 6682 二级水要求。

5.2.1 硝酸。

5.2.2 硫酸。

5.2.3 高氯酸。

5.2.4 盐酸。

5.2.5 乙酸。

5.2.6 碘化钾。

5.2.7 L-抗坏血酸。