

中华人民共和国国家标准

GB/T 13079—1999

饲料中总砷的测定

Determination of total arsenic in feeds



2000年9月 8日

1999-08-10 发布

2000年1月 16日

2000-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

砷系有害元素,自然界中分布广、毒性大。砷与动物机体组织中酶的巯基结合,使之灭活而产生毒性,尤其以肝、肾、肺等内脏器官最为敏感,因此,砷已成为环境中必检项目之一。我国虽已制定了饲料中总砷的检验标准(GB/T 13079—1991),但随着饲料工业的迅速发展,原标准已不能满足快速检验产品、及时控制产品质量的需求,同时在应用范围和样品前处理上都存在一定的局限性。为此,对GB/T 13079—1991进行了修订。本标准中第一篇“银盐法”,参考了国际标准ISO 2590:1973《测定砷的通用方法 Ag(DDTC)分光光度法》,在技术内容上尽可能与其保持一致。特点是将经典的“银盐法”与简便的“快速法”融为一体,使其更具有科学性、严谨性和灵活性。

本标准对原标准主要有三点改进与补充:①增补了“快速法”,将修改后的“银盐法”作为标准第一法(仲裁法)、“硼氢化物还原光度法”为第二法(快速法)。用“快速法”消解样品时,由原来17 h缩短至1.5 h,用硼氢化钾作还原剂,使还原反应由90 min减少到15 min,提高效率近10倍。②规定了不同类型样品的前处理方法,使样品预处理技术更加完善、合理。③改进后的测砷装置结构合理、使用方便,密封性能好,提高了分析精度。经大量样品分析验证方法精密密度小于6%,平均回收率为98.3%。方法检出限为0.04 mg/mL。

本标准自实施之日起,同时代替GB/T 13079—1991。

本标准由中华人民共和国农业部和全国饲料工业标准化技术委员会共同提出。

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)。

本标准主要起草人:王永真、李伟格、王彤、钱昉。

饲料中总砷的测定

Determination of total arsenic in feeds

1 范围

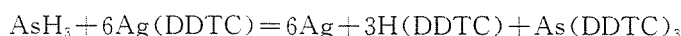
本标准规定了饲料中总砷的测定方法。

本标准适用于各种配(混)合饲料、浓缩饲料、预混合饲料及饲料原料。

第一篇 银盐法(仲裁法)

2 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:



3 试剂

除特殊规定外,所用试剂均为分析纯,水系蒸馏水或相应纯度的水。

3.1 硝酸。

3.2 硫酸。

3.3 高氯酸。

3.4 盐酸。

3.5 抗坏血酸。

3.6 无砷锌粒,粒径 $3.0 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$ 。

3.7 混合酸溶液(A): $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HClO}_4 = 23 : 3 : 4$ 。

3.8 乙酸铅棉花:将医用脱脂棉在乙酸铅溶液(100 g/L)中浸泡约 1 h,压除多余溶液,自然晾干,或在 $90 \text{ C} \sim 100 \text{ C}$ 烘干,保存于密闭瓶中。

3.9 二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDTC)-三乙胺-三氯甲烷吸收溶液:2.5 g/L。

称取 2.5 g(精确到 0.000 2 g)Ag-DDTC 于干燥的烧杯中,加适量三氯甲烷待完全溶解后,转入 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 三乙胺,用三氯甲烷定容,于棕色瓶中存放在冷暗处。若有沉淀应过滤后使用。

3.10 砷标准储备溶液:1.0 mg/mL。

精确称取 0.660 0 g 三氧化二砷(110 C,干燥 2 h),加 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)使之溶解,然后加入 25 mL 硫酸溶液(60 mL/L)中和,定容至 500 mL。此溶液每毫升含 1.00 mg 砷,于塑料瓶中冷贮。