

饲料中无机砷的测定 原子荧光光谱法

Determination of inorganic arsenic in feeds

——hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2011 - 01 - 17 发布

2011 - 02 - 20 实施

福建省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的起草规则编写。

本标准由福建省农业厅提出并归口。

本标准由福建省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：福建省农业科学院中心实验室。

本标准主要起草人：伍云卿、涂杰峰、陈卫伟、杨苏、范超。

饲料中无机砷的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了各类饲料中无机砷的测定方法。

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中无机砷的测定。

本方法测定限：称样量按1.0000g计算时，方法测定限为0.08mg/kg，线性范围：0 μ g/L~400 μ g/L。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

GB/T 6682-2008 分析实验用水规格和试验方法

3 方法原理

饲料中的砷可能以不同的化学形式存在，包括无机砷和有机砷。在6mol/L盐酸水浴条件下，无机砷以氯化形式被浸提出来，再用活性炭吸附浸提液中可能溶出的有机砷等有机物，实现无机砷和有机砷的分离。取滤液适量，加入硫脲将五价砷还原为三价砷，再加入硼氢化钾生成砷化氢，由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在特种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无机砷浓度成正比，与标准系列比较定量。

4 试剂

以下试剂除特别注明外，均为优级纯，水应符合GB/T 6682-2008中规定的二级水要求。

4.1 盐酸溶液(6mol/L)：量取250 mL盐酸，慢慢倒入250 mL水中，混匀。

4.2 盐酸溶液(1+9)：量取100 mL盐酸，慢慢倒入900 mL水中，混匀。

4.3 氢氧化钾溶液(2g/L)：称取氢氧化钾2 g溶于水，稀释至1000 mL。

4.4 硼氢化钾10 g/L：称取硼氢化钾10.0 g溶于1000 mL氢氧化钾溶液(4.3)中，混合（现用现配为宜）。

4.5 硫脲溶液(50 g/L)：称取硫脲5 g溶于水，并稀释至100 mL混匀。

4.6 三价砷 (As^{3+}) 标准液: 选用国家标准物质—砷标准溶液 (GBW08611), 此溶液每毫升相当于 $1000\mu\text{g}$ 无机砷。使用时用盐酸溶液 (4.2) 逐级稀释至标准使用液浓度为三价砷 (As^{3+}) $1\mu\text{g/L}$ 。

4.7 无砷活性炭 (0.36mm~0.50mm), 必要时用盐酸 (4.1) 浸洗除砷。

4.8 正辛醇 (消泡剂)。

5 仪器

5.1 原子荧光光谱仪 (配特种砷空心阴极灯)

5.2 恒温水浴锅 (或KQ-500DE型数控超声波清洗器)。

5.3 常用玻璃器皿, 使用前需经15%硝酸浸泡24h, 并用水洗净。

6 分析步骤

6.1 样品制备: 按GB/T 20195 要求制备。

6.2 试样处理

6.2.1 不含或含少量有机砷的试样 (添加剂预混合饲料和饲料添加剂) 试液制备

称取试样 $0.5\text{g}\sim 1\text{g}$ (精确至 0.0001g) 于 25mL 具塞比色管中, 加 6mol/L 盐酸 20mL , 轻轻摇匀, 置于 70°C 水浴锅保温 1h , 期间多次轻摇, 使试样充分浸提 (或置超声清洗器中超声 5min 使试样浸透后, 在 70°C 水浴中保温 1h)。取出, 过滤至 25mL 具塞比色管中, 用适量水冲洗比色管及滤渣, 滤液定容至刻度。吸取滤液 5mL , 于 10mL 具塞比色管中, 加 50g/L 硫脲 1mL , 正辛醇 $2\text{滴}\sim 4\text{滴}$, 用水定容至刻度, 混匀, 放置 20min 后待测, 同时做平行样及试剂空白试验。

6.2.2 富含有机砷的试样 (各种配合饲料、浓缩饲料、单一饲料) 试液制备

从“称取试样至滤液定容至刻度”按6.2.1步骤操作。在滤液中加入无砷活性炭 0.5g , 盖紧管塞充分振摇 5min (或置入数控超声波清洗器中提取 5min), 取下再次过滤。吸取滤液 5mL , 于 10mL 具塞比色管中, 加 50g/L 硫脲 1mL , 正辛醇 $2\text{滴}\sim 4\text{滴}$, 用水定容至刻度, 混匀, 放置 20min 后待测, 同时做平行样及试剂空白试验。

6.3 标准工作溶液的制备

分别吸取 0.00mL 、 0.05mL 、 0.25mL 、 0.50mL 、 1.00mL 、 2.00mL 砷标准使用液 ($1\mu\text{g/mL}$) 于 50mL 容量瓶中 (定容后砷浓度为 $0.00\mu\text{g/L}$ 、 $1.00\mu\text{g/L}$ 、 $5.00\mu\text{g/L}$ 、 $10.00\mu\text{g/L}$ 、 $20.00\mu\text{g/L}$ 、 $40.00\mu\text{g/L}$), 各加 50g/L 硫脲 5mL , 用 (1+9) 盐酸溶液定容至刻度, 摇匀, 放置 20min 后待测。

6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件

光电倍增管电压：200V~400 V；

砷空心阴极灯电流：15mA~100 mA

原子化器温度：200℃；

原子化器高度：8mm；

载气流量：300mL/min~600mL/min；

读数时间：15.0s~25.0s；

延时时间：1.0s~3.0s。

6.4.2 测定步骤

开启原子荧光光谱仪、计算机，并设定好仪器工作条件和测量条件，同时将砷标准工作溶液系列浓度、称样量和稀释体积分别输入计算机中。预热 20 min 后，分别测定标准工作溶液系列及试液。标准工作曲线、回归方程和测定结果由计算机自动显示、打印。

7 分析结果的计算与表达

7.1 结果计算

试样中无机砷含量按式（1）进行计算。

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \times V_1}{m \times \frac{V_2}{10}} \times \frac{1000}{1000 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中无机砷含量，mg/kg；

C₁——试样测定液中无机砷浓度，μg/L；

C₂——试剂空白中无机砷浓度，μg/L；

m——试样质量，单位为克，g；

V₁——试样消解液定容总体积，mL；

V₂——分取试液体积，mL。

10——10ml 具塞比色管

7.2 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果，当无机砷含量 <1.00 mg/kg 时，允许相对偏差 $\leq 20\%$ ，当无机砷含量 ≥ 1.00 mg/kg 时，允许相对偏差 $\leq 10\%$ 。

7.3 结果表示

每个样品应做平行样，以其算术平均值为分析结果，结果表示到 0.01 mg/kg。
