

## 徐汇区饲料中无机砷检测机构

产品名称	徐汇区饲料中无机砷检测机构
公司名称	广分检测技术（苏州）有限公司检测部
价格	.00/件
规格参数	品牌:GFQT 周期:5-7个工作日 检测范围:全国
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	0512-65587132 17312626973

## 产品详情

无机砷的测定方法相关信息。

检测方法标准依据：DB35/T 1100-2011 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1.000g计算时，方法测定限为0.08mg/kg，线性范围：0  $\mu$ g/L~400  $\mu$ 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\*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 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，再加入生成砷化氢，由氙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250mL盐酸，慢慢倒入250mL水中，混匀。

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

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

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

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

4.6 三价砷( $\text{As}^{3+}$ )标准液：选用国家标准物质一砷标准溶液(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( $\text{As}^{3+}$ )1  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

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0.5g~1g(\*\*至0.0001g)于25mL具塞比色管中，加6mol/L盐酸20mL，轻轻摇匀，置于70℃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℃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滴~4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滴~4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 μg/mL)于50mL容量瓶中(定容后砷浓度为0.00 μg/L、1.00 μg/L、5.00 μg/L、10.00 μg/L、20.00 μg/L、40.00 μg/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。