

ICS

备案号:

# DB34

## 安徽省地方标准

DB34/T XXXX-2020

---

### 饲料中锑的测定 —原子荧光光谱法

**Determination of Antimony in feeds  
-Atomic fluorescence spectrometry**

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

---

**安徽省市场监督管理局** 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由安徽省兽药饲料监察所提出。

本标准由安徽省农业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：安徽省兽药饲料监察所。

本标准自2020年XX月XX日首次发布。

本标准起草人：宋亚伟。

# 饲料中铈的测定--原子荧光光谱法

## 1 范围

本标准规定了饲料中铈检测的原子荧光光谱法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、单一饲料、预混合饲料、饲料添加剂中铈的检测。

## 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 方法原理

样品经酸消解或干灰化法破坏有机物，在酸性介质中，试样中的铈与硼氢化钾反应生成挥发性的铈氢化物，以氩气为载气，将铈氢化物导入电热石英原子化器中原子化，在铈空心阴极灯照射下，基态铈原子被激发至高能态，再由高能态回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度在固定条件下与被测溶液的铈浓度成正比，根据标准系列浓度进行定量。

## 4 试剂或材料

除特殊说明外，本标准所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。所有玻璃器皿及坩埚均需用稀盐酸（4.6）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

4.1 硫脲。

4.2 盐酸：优级纯。

4.3 氢氧化钾。

4.4 硼氢化钾。

4.5 盐酸溶液(6mol/L):量取 50mL 盐酸，再加入 50mL 水，混匀。

4.6 稀盐酸（0.6mol/L）：量取 5mL 盐酸，用水稀释至 100mL，混匀。

4.7 硫脲溶液（50g/L）：称取 5g 硫脲，溶于 100mL 水中，混匀。

4.8 氢氧化钾溶液：称取 1g 氢氧化钾，溶于 500mL 水中，混匀，临用现配。

4.9 硼氢化钾碱溶液：称取 10g 硼氢化钾，溶于 500mL 氢氧化钾溶液(4.8)中，混匀，临用现配。

4.10 5%的盐酸溶液：量取 5mL 盐酸，用水稀释至 100mL，混匀。

4.11 铈标准贮备溶液:1000 $\mu$ g/mL。或其他经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的铈标准溶液。

4.12 铈标准中间液(20 $\mu$ g/mL):准确吸取 1mL 铈标准溶液(4.11)于 50mL 容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。临用现配。

4.13 铈标准工作液(200ng/mL):准确吸取 1mL 铈标准中间液(4.12)于 100mL 容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。临用现配。

## 5 仪器设备

5.1 原子荧光光谱仪、配铈空心阴极灯、自动进样器。

5.2 可调式电热板。

5.3 分析天平:感量 0.1mg。

5.4 恒温干燥箱。

5.5 马弗炉。

## 6 检测步骤

### 6.1 试样的制备

按 GB/T 14699.1 采样,选取有代表性的饲料样品至少 500 g,四分法缩减至 100 g,磨碎,全部通过 0.42mm 孔径分析筛,充分混匀,装入磨口瓶中备用。

分析步骤

### 6.2 试样消解

#### 6.2.1 盐酸溶样法

矿物元素饲料添加剂用盐酸溶样。称取试样 1g~3g(精确到 0.0001 g)于 50 mL 坩埚中,加水少许湿润试样,慢慢滴加 10mL~20mL 盐酸溶液(4.5),待激烈反应过后,小火加热,微微煮沸,至消化液 5mL 左右(注意防止溅出)。向容量瓶中提前加入 2mL 硫脲溶液(4.7)。消化液冷却后,用水将消化液转移至 50mL 容量瓶中,加少许水多次冲洗坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,用无灰滤纸过滤,待用。同时于相同条件下,做试剂空白实验。

#### 6.2.2 干灰化法

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可选择干灰化法。称取试样 1g~5 g(精确到 0.0001 g)于 50 mL 瓷坩埚中,低温碳化至无烟后,然后转入高温马弗炉中 550℃ 恒温灰化 3.5~4.5h。冷却后,先滴加少量水润湿样品,再缓慢加入 10 mL 盐酸溶液(4.5)。待激烈反应过后,小火加热,微微煮沸,至消化液 3mL~5 mL(注意防止溅出)。向容量瓶中提前加入 2mL 硫脲溶液(4.7)。消化液冷却后,用水将消化液转移至 50 mL 容量瓶中,加少许水,多次冲洗坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,用无灰滤纸过滤,待用。同时于相同条件下,做试剂空白实验。

### 6.3 仪器参考条件

调整仪器性能至最佳状态,提供的仪器条件仅供参考,可根据各自的仪器自行调解。空心阴极灯电流:60~80mA;光电倍增管电压:260~300V;载气流速:300~400mL/min;屏蔽气流 800~1000 mL/min;原子化器温度 200℃;原子化器高度 8mm。

### 6.4 标准溶液的配制

铈标准系列溶液:分别准确吸取铈标准工作液(4.13) 0 mL、0.5 mL、1mL、2mL、5mL 和 10mL 于 50mL 容量瓶中,加入少量水稀释后,加入 2mL 盐酸溶液(4.5)、2mL 硫脲溶液(4.7),加水定容至刻度,混匀。此铈标准系列溶液的浓度为 0ng/mL、2.00 ng/mL、4.00 ng/mL、8.00 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL。放置 30min 后测定。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中铈的实际含量确定标准系列溶液中铈元素的质量浓度范围

### 6.5 溶液测定

在与测定标准溶液系列相同的实验条件下,将空白溶液和试样溶液分别导入仪器,测定荧光值,与标准系列比较定量。

## 7 结果

### 7.1 结果计算

试样中锑的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ : 试样中锑的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/Kg 或 mg/L);

$C$ : 试样溶液中锑的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$C_0$ : 空白溶液中锑的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V$ : 试样消化液的定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ : 试样称样量或移取体积,单位为克或毫升(g 或 mL);

1000---换算系数。

当锑含量 $\geq 1.00$  mg/kg(或 mg/L)时,计算结果保留三位有效数字,当锑含量 $< 1.00$  mg/kg(或 mg/L)时,计算结果保留两位有效数字。

### 7.2 结果表示

平行测定结果用算术平均值表示。

### 7.3 允许误差

同一分析者对同一试样同时两次测定(或重复测定)所得结果相对偏差不大于 10%。

### 7.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

### 7.5 灵敏度

本标准检出限为 0.010 mg/kg,方法定量限为 0.040 mg/kg。