



中华人民共和国国家标准

GB/T 13083—2018
代替 GB/T 13083—2002

饲料中氟的测定 离子选择性电极法

Determination of fluorine in feeds—Ion selective electrode method

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13083—2002《饲料中氟的测定 离子选择性电极法》，与 GB/T 13083—2002 相比，除编辑性修改外，主要技术差异如下：

- 扩大了标准的适用范围“本标准适用于饲料、饲料原料、磷酸盐及以硅铝酸盐为载体的混合型饲料添加剂”；
- 修改了方法的检测限；
- 修改了原理的描述；
- 修改了酸度计、氟离子选择性电极的测量范围；
- 增加了饲料原料石粉试样的制备方法；
- 增加了以硅铝酸盐类为载体的混合型饲料添加剂试样的制备方法；
- 结果由表示到 0.1 mg/kg 修改为 1 mg/kg。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位：浙江省兽药饲料监察所。

本标准主要起草人：任玉琴、黄娟、张志健、朱聪英、袁璐、张晓丽、裘丞军、商小金。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13083—1991、GB/T 13083—2002。

饲料中氟的测定 离子选择性电极法

1 范围

本标准规定了饲料中氟的测定离子选择性电极法。

本标准适用于饲料、饲料原料、磷酸盐及以硅铝酸盐为载体的混合型饲料添加剂。

本方法的检测限为 3 mg/kg(取试样 1 g,定容至 50 mL)。

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 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 原理

试样经盐酸溶液提取,用总离子强度缓冲液调节 pH 至 5~6,消除酸度和 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 及 SiO_3^{2-} 等能与氟离子形成络合物的离子干扰,再用离子计测定氟离子选择性电极和饱和甘汞电极的电位差,该电位差与溶液中氟离子活度(浓度)的对数呈线性关系,用已知浓度的氟标准系列所测电位差得到的线性方程,求得未知样品溶液电位差对应的氟离子浓度,计算试样中氟的含量。

4 试剂或材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯;水为 GB/T 6682 规格的三级水。

4.1 盐酸。

4.2 乙酸钠溶液(3 mol/L):称取 204 g 三水合乙酸钠,加水约 300 mL,搅拌溶解,用乙酸溶液(1→10)调节 pH 至 7.0,移入 500 mL 容量瓶,加水至刻度。

4.3 柠檬酸钠溶液(0.75 mol/L):称取 110 g 二水合柠檬酸钠溶于约 300 mL 水中,加高氯酸(HClO_4) 14 mL,移入 500 mL 容量瓶,加水至刻度。

4.4 总离子强度缓冲液:取乙酸钠溶液(4.2)与柠檬酸钠溶液(4.3)等量混合,临用时配制。

4.5 盐酸溶液(1 mol/L):取盐酸 9 mL,加水稀释至 100 mL。

4.6 NaOH 溶液(15 mol/L):称取氢氧化钠 60 g,加水溶解成 100 mL。

4.7 氟标准溶液:

a) 氟标准贮备液:称取经 100 °C 干燥 4 h 并冷却的氟化钠 0.221 0 g,置 100 mL 聚乙烯容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,混匀,贮备于塑料瓶中,置冰箱内保存,此溶液每毫升相当于 1.0 mg 的氟。

b) 氟标准工作液 I:吸取氟标准贮备液[4.7 a)]10.00 mL,置 100 mL 聚乙烯容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 0.1 mg 的氟。临用时配制。

- c) 氟标准工作液Ⅱ:吸取氟标准工作液Ⅰ[4.7 b)]10.00 mL,置100 mL聚乙烯容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于10.0 μg 氟。临用时配制。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量0.000 1 g。
5.2 离子计:测量范围0.0 mV $\sim$ $\pm$ 1 800 mV,或与之相当的pH计或电位仪。
5.3 氟离子电极:测量范围 10^{-1} mol/L $\sim$ 10^{-6} mol/L,pF-1型或与之相当的复合电极。
5.4 参比电极:饱和甘汞电极或与之相当的电极。
5.5 电热恒温干燥箱。
5.6 高温炉。
5.7 磁力搅拌器。
5.8 超声波提取器。
5.9 镍坩埚或铂金坩埚。

6 试样制备

按GB/T 14699.1规定抽取有代表性的样品,用四分法缩减取约250 g,按照GB/T 20195的规定制备样品,粉碎过0.425 mm孔径的分析筛,混合均匀,装入磨口瓶中备用。

7 试验步骤

7.1 氟标准系列的制备

准确吸取氟标准工作液Ⅱ[4.7 c)]0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL和氟标准工作液Ⅰ[4.7 b)]2.00 mL、5.00 mL,分别置于50 mL容量瓶中,分别加盐酸溶液(4.5)5.0 mL、总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,并加水至刻度,混匀。上述标准系列的浓度分别为0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.4 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

7.2 试样溶液制备

7.2.1 饲料和饲料原料(7.2.2、7.2.3和7.2.4所列的三类样品除外)试样溶液制备

称取试样约0.5 g $\sim$ 1 g(精确至0.000 1 g),置50 mL容量瓶中,加盐酸溶液(4.5)5.0 mL,提取1 h(不时轻轻摇动容量瓶,避免样品粘于瓶壁上),或超声提取20 min,提取后加总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,加水至刻度,混匀,用滤纸过滤。滤液供测定用。

7.2.2 磷酸盐类试样溶液制备

称取试样约1 g(约相当于2 000 μg 的氟,精确至0.000 1 g),置100 mL容量瓶中,用盐酸溶液(4.5)溶解并定容至刻度,混匀,取上清液5.00 mL,置50 mL容量瓶中,加总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,加水至刻度,混匀。供测定用。

7.2.3 石粉试样溶液的制备

称取试样约0.5 g $\sim$ 1 g(精确至0.000 1 g),置50 mL容量瓶中,缓慢加入盐酸溶液(4.5)20 mL(防止反应过于激烈溅出),提取1 h(不时轻轻摇动容量瓶,避免样品粘于瓶壁上),或超声提取20 min,提

取后加总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,加水至刻度,混匀,用滤纸过滤。

7.2.4 以硅铝酸盐类为载体的混合型饲料添加剂试样溶液的制备

称取试样约 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置 50 mL 镍坩埚或铂金坩埚中,用少量水润湿样品,加 NaOH 溶液(4.6)3 mL,轻敲样品使样品分散均匀,置 150 ℃烘箱中 1 h,取出,将坩埚放入 600 ℃高温炉中炽灼 30 min,取出,冷却,加 5 mL 水,微热使熔块完全溶解,然后缓缓滴加盐酸(4.1)约 3.5 mL,调 pH 值至 8~9 之间,冷却后转移至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,用滤纸过滤,精密吸取滤液适量(约相当于 100 μg 的氟),置于 50 mL 容量瓶中,加 25 mL 总离子强度缓冲液(4.4),加水至刻度,混匀。供测定用。

7.3 测定

将氟离子选择性电极和饱和甘汞电极与离子计的负端和正端相联接。将电极插入盛有 50 mL 水的聚乙烯塑料杯中,预热仪器,在磁力搅拌上以恒速搅拌,更换 2 次~3 次水,待电位平衡后,即可进行电位测定。

将氟标准系列(7.1)置聚乙烯塑料杯中,由低到高浓度分别测定相应的电位,同法测定试样溶液(7.2)的电位。以氟标准系列(7.1)测得的电位为纵坐标,氟离子浓度对数值为横坐标,绘制标准曲线或计算回归方程,再根据试样溶液的电位值在标准曲线上查出或回归方程计算出试样溶液中氟离子的浓度。被测溶液的浓度需在标准曲线范围内。

8 试验数据处理

试样中氟的含量 X ,以 mg/kg 计,按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中氟的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ —— 试样溶液中氟的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

f —— 稀释倍数;

m —— 试样质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果表示到 1 mg/kg。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果:当试样中氟含量小于或等于 50 mg/kg 时,其绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 20%;当试样中氟含量大于 50 mg/kg 时,其绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。上述规定分别以大于这两个测定值的算术平均值的 20%或 10%的情况不超过 5%为前提。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中氟的测定 离子选择性电极法
GB/T 13083—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 9 千字
2018年5月第一版 2018年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-60042 定价 14.00 元



GB/T 13083—2018

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)68510107