



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。