

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13083—2002

饲料中氟的测定 离子选择性电极法

Determination of fluorine in feed—
Ion selective electrode method

2002-02-19 发布

2002-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是 GB/T 13083—1991《饲料中氟的测定》的修订版。

本标准的技术内容主要依据美国公职分析化学家协会(AOAC)1995年版 975.08《动物饲料中氟的测定—离子选择性电极法》。

本版对 GB/T 13083—1991《饲料中氟的测定》修订的技术内容如下：

- 将酸度计测量范围由 0~-1400 mV 改为测量范围 0.0~-1 400 mV；
- 确定氟标准工作液浓度范围,并说明氟标准工作液要“即配即用”；
- 增加了磷酸盐试液制备方法,并在“饲料试液制备(除饲料级磷酸盐外)”中增加了用超声波提取器提取；
- 将氟工作液制备及试样制备中加入盐酸溶液[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]量由 10.0 mL 改为 5.0 mL,使本标准测试液 pH 值与氯离子(Cl^-)强度与 AOAC 975.08 一致；
- 根据氟在饲料中不同的含量范围规定了允许的相对偏差。

自本标准实施之日起,同时代替 GB/T 13083—1991。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)、四川龙蟒集团有限责任公司。

本标准主要起草人:刘小敏、周晓葵、朱洪成、陈璇。

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—2002

代替 GB/T 13083—1991

Determination of fluorine in feed— Ion selective electrode method

1 范围

本标准规定了饲料中氟的测定(离子选择性电极法)。

本标准适用于饲料原料、饲料产品中氟的测定。本方法氟的最低检测限为 0.80 μg。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 原理

氟离子选择电极的氟化镧单晶膜对氟离子产生选择性的对数响应,氟电极和饱和甘汞电极在被测试液中,电位差可随溶液中氟离子的活度的变化而改变,电位变化规律符合能斯特方程式

$$\left(E = E^{\circ} - \frac{2.303 RT}{F} \lg c_{\text{F}} \right)。$$

E 与 $\lg c_{\text{F}}$ 呈线性关系。 $2.303RT/F$ 为该直线的斜率(25℃时为 59.16)。

在水溶液中,易与氟离子形成络合物的三价铁(Fe^{3+})、三价铝(Al^{3+})及硅酸根(SiO_3^{2-})等离子干扰氟离子测定,其他常见离子对氟离子测定无影响。在测量溶液的酸度为 pH5~6,用总离子强度缓冲液消除干扰离子及酸度的影响。

4 试剂和溶液

本标准所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯。

实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级用水的规格。

全部溶液贮于聚乙烯塑料瓶中。

4.1 $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 3 \text{ mol/L}$ 乙酸钠溶液

称取 204 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于约 300 mL 水中,待溶液温度恢复到室温后,以 1 mol/L 乙酸(GB/T 676)调节至 pH7.0,移入 500 mL 容量瓶,加水至刻度。

4.2 $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.75 \text{ mol/L}$ 柠檬酸钠溶液

称取 110 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),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。

4.3 总离子强度缓冲液