

团 体 标 准

T/CFIAS 6007—2024

饲料添加剂络(螯)合锌中 总锌和游离锌的测定

Feed additive-determination of total zinc
and free zinc in complexed (chelated) zinc

2024-02-07 发布

2024-03-05 实施

中国饲料工业协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：南宁市泽威尔饲料有限责任公司、广西壮族自治区饲料监测所、中国科学院亚热带农业生态研究所、中国农业科学院饲料研究所、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、广西壮族自治区畜牧站、广西华港农牧发展有限公司、广西金陵农牧集团有限公司、临沂布恩生物科技有限公司、广州天科生物科技有限公司等。

本文件主要起草人：周建群、许力干、杨正业、莫锦华、周振新、叶云锋、莫伟宇、吴信、谢秀兰、卢丽枝、李俊、黄润均、章礼胜、黄桂江、韦荣群、林小铃、石彬儒、周兴和、黎敏义、赵文青、莫红艺、张文文、彭春发、于娟、庄佳荣、邱桂雄、彭剑飞、甘展宇、岑志发、曾云凤。

饲料添加剂络(螯)合锌中总锌和游离锌的测定

1 范围

本文件规定了饲料添加剂络(螯)合锌中总锌和游离锌的测定方法。

本文件适用于饲料添加剂络(螯)合锌中总锌和游离锌的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13885-2017 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 总锌的测定

4.1 原理

试样用硫酸溶液溶解，掩蔽剂排除干扰后，锌离子与乙二胺四乙酸二钠（EDTA）生成稳定络合物，二甲酚橙为指示剂滴定总锌。

4.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水：GB/T 6682，三级。

4.2.2 抗坏血酸。

4.2.3 硫酸溶液：硫酸+水=1+5。

4.2.4 氟化铵溶液（200 g/L）：称取 200 g 氟化铵，加适量水溶解，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。

4.2.5 氨水溶液：氨水+水=1+1。

4.2.6 硫脲溶液（100 g/L）：称取 100 g 硫脲，加适量水溶解，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。

4.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH 5.5）：称取 200 g 乙酸钠，加适量水溶解，加 10 mL 乙酸，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。

4.2.8 EDTA 标准滴定溶液（0.05 mol/L）：按 GB/T 601 配制并标定。

4.2.9 二甲酚橙指示剂(2 g/L): 称取 2.0 g 二甲酚橙, 加适量水溶解, 用水稀释至 1 000 mL, 摇匀。有效期 7 d。

4.2.10 滤纸: 中速定量。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平: 精度为 0.000 1 g。

4.3.2 调温水浴锅: 精度为±0.5 ℃。

4.3.3 酸式滴定管: 25 mL, 精度为 0.01 mL。

4.4 样品

按照GB/T 20195规定制备样品, 至少200 g, 粉碎使其全部过0.425 mm分析筛, 混合均匀, 装入密闭容器中, 备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 试样溶液制备

4.5.1.1 易溶试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样0.2 g~0.7 g (精确至0.0001 g, 含总锌约0.06 g), 置于250 mL锥形瓶中, 加入5 mL硫酸溶液(4.2.3)溶解, 再加水50 mL, 摇匀。若溶液澄清, 备用。如溶液不澄清, 则按4.5.1.2操作。

4.5.1.2 含不溶物试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样0.5 g~2.0 g (精确至0.0001 g, 含总锌约0.24 g), 置于250 mL锥形瓶中, 加入20 mL硫酸溶液(4.2.3), 于90 ℃水浴中加热3 min, 冷却至室温, 完全转移至100 mL容量瓶中, 用水定容, 摇匀。用滤纸(4.2.10)过滤, 移取滤液25.0 mL于250 mL锥形瓶中, 加水50 mL, 摇匀, 备用。

4.5.2 测定

备用液(4.5.1.1或4.5.1.2)中加10 mL氟化铵溶液(4.2.4)和3滴二甲酚橙指示剂(4.2.9), 摇匀。用氨水溶液(4.2.5)调至溶液呈浅棕红色, 加入2.5 mL硫脲溶液(4.2.6)、0.2 g抗坏血酸(4.2.1)和15 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.2.7), 用EDTA标准滴定溶液(4.2.8)滴定至溶液呈亮黄色即为终点。同时做空白试验。

4.5.3 试验数据处理

4.5.3.1 按4.5.1.1方式处理试样, 试样中的总锌含量以质量分数 w_1 计, 数值以百分比(%)表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 \times (V_1 - V_0) \times 0.06539}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c_1 ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_1 ——试样溶液(4.5.1.1)消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_0 ——空白溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

0.06539 ——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示锌的质量；

m_1 ——试样的质量，单位为克 (g)。

4.5.3.2 按 4.5.1.2 方式处理试样，试样中的总锌含量以质量分数 w_1 计，数值以百分比 (%) 表示，按式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{c_1 \times (V_2 - V_0) \times 0.06539}{m_2/4} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_1 ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_2 ——试样溶液 (4.5.1.2) 消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

0.06539 ——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示锌的质量；

m_2 ——试样的质量，单位为克 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留两位小数。

4.5.4 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5 游离锌的测定

5.1 原理

游离锌溶于无水乙醇，络（螯）合锌不溶于无水乙醇。无水乙醇提取试样，用原子吸收分光光度计测定。

5.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.2.1 水：GB/T 6682，三级。

5.2.2 无水乙醇。

5.3 仪器设备

5.3.1 原子吸收分光光度计：Zn 空心阴极灯，带有空气-乙炔火焰和背景校正功能。

5.3.2 分析天平：精度为 0.000 1 g。

5.3.3 振荡器：振荡频率 0~300 次/分，振荡幅度 20 mm。

5.3.4 玻璃砂芯漏斗：G3，30 mL，滤芯孔径 16 μm ~30 μm 。

5.4 样品

同 4.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取2.0 g试样（准确至0.000 1 g），置于250 mL碘量瓶中，加入20 mL无水乙醇，加塞。振荡器振荡频率30次/min，振幅20 mm（往复），振摇溶解10 min。用玻璃砂芯漏斗（5.3.4）抽滤，沉淀用无水乙醇快速洗涤3次，每次5 mL，合并滤液和洗涤液，转移至100 mL容量瓶中，用水定容，摇匀。移取该溶液1.00 mL于100 mL容量瓶中，用水定容（ V_3 ），摇匀，待测。同时做空白试验。

5.5.2 测定

按GB/T 13885-2017中8.6执行。

5.5.3 试验数据处理

试样中的游离铁含量以质量分数 w_2 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{c_2 \times V_3 \times 100}{m_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- c_2 ——试样溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V_3 ——试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；
- 100 ——试样溶液的稀释倍数；
- m_3 ——试样的质量，单位为克（g）；

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

5.5.4 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的15%。

