

团 体 标 准

T/CFIAS 6008—2024

饲料添加剂络(螯)合铁中总亚铁和游离铁的测定

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

2024-02-07 发布

2024-03-05 实施

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、何琼、彭春发、于娟、庄佳荣、邱桂雄、彭剑飞、甘展宇、岑志发、陈幸、孙舒放。

饲料添加剂络(螯)合铁中总亚铁和游离铁的测定

1 范围

本文件规定了饲料添加剂络(螯)合铁中总亚铁和游离铁的测定方法。

本文件适用于饲料添加剂络(螯)合铁中总亚铁和游离铁[氨基酸络合铁(氨基酸源于水解植物蛋白)中的游离铁除外]的测定。也适用于饲料添加剂富马酸亚铁、乳酸亚铁中总亚铁和游离铁的测定。

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 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 总亚铁的测定

4.1 原理

盐酸溶液溶解试样,在酸性条件下,亚铁离子(Fe^{2+})与邻菲罗啉作用生成红色络合物,用分光光度计在510 nm波长处测定。

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 盐酸溶液:盐酸+水=2+3。

4.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 3.6):称取3.0 g无水乙酸钠,用水溶解,加入12 mL冰乙酸后,用水稀释至100 mL,混匀。

4.2.4 邻菲罗啉溶液(1 g/L):称取0.10 g邻菲罗啉,加少量水振摇至溶解(必要时加热),用水稀释至100 mL,混匀。

4.2.5 标准储备溶液(Fe^{2+} ,1 mg/mL):称取0.702 2 g(准确至0.01 mg)六水合硫酸亚铁铵(CAS:7783-85-9,纯度 $\geq 99.5\%$),加水溶解,稀释定容至100 mL,摇匀。临用现配。

4.2.6 标准溶液(Fe^{2+} ,20 $\mu\text{g/mL}$):移取2.00 mL标准储备溶液(4.2.5)于100 mL容量瓶中,用水

定容，摇匀。临用现配。

4.3 仪器设备

4.3.1 分光光度计：配备 1 cm 比色皿。

4.3.2 分析天平：精度为 0.000 1 g、0.01 mg。

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

平行做两份试验。称取试样0.2 g~1.5 g（准确至0.000 1 g，含总亚铁约0.08 g）于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸溶液（4.2.2）溶解，转移至100 mL容量瓶，用水定容（ V_1 ），摇匀。移取该溶液5.00 mL于100 mL容量瓶，用水定容，摇匀，待测。

若加入10 mL盐酸溶液（4.2.2）溶解后，仍有不溶物，移至沸水中水浴加热3 min，快速冷却至室温，按上述方法定容。待测。

4.5.2 绘制标准曲线

移取标准溶液（4.2.6）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL，分别置于25 mL容量瓶中，加入5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（4.2.3）后，加邻菲罗啉溶液（4.2.4）2 mL，用水定容，混匀，放置15 min。配制成亚铁离子浓度分别为0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.80 $\mu\text{g/mL}$ 、1.6 $\mu\text{g/mL}$ 、3.20 $\mu\text{g/mL}$ 、4.80 $\mu\text{g/mL}$ 和6.40 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。以试剂空白作为参比溶液，用1 cm比色皿在510 nm波长处测定吸光度。以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

4.5.3 吸光度测定

移取试样溶液（4.5.1）2.00 mL于25 mL容量瓶中，加入5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（4.2.3）和2 mL邻菲罗啉溶液（4.2.4），用水定容，混匀，放置15 min。以试剂空白作为参比溶液，用1 cm比色皿在510 nm波长处测定吸光度。

4.5.4 试验数据处理

试样中的总亚铁含量以质量分数 w_1 计，数值以百分号（%）表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times 250}{m_1 \times 1000000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c_1 ——从标准曲线上查得的试样溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V_1 ——试样溶解定容体积，单位为毫升（mL）；
- 250 ——稀释倍数；
- m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；
- 1 000 000 ——单位微克与克的换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留两位小数。

4.5.5 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 游离铁的测定

5.1 原理

游离的铁离子能溶于无水乙醇，络（螯）合铁不溶于无水乙醇。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：Fe 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_2 ），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。

5.6 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（2）计算：

$$w_2 = \frac{c_2 \times V_2 \times 100}{m_2} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

c_2 —— 试样溶液的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_2 —— 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_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，保留两位有效数字。

5.7 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%。



