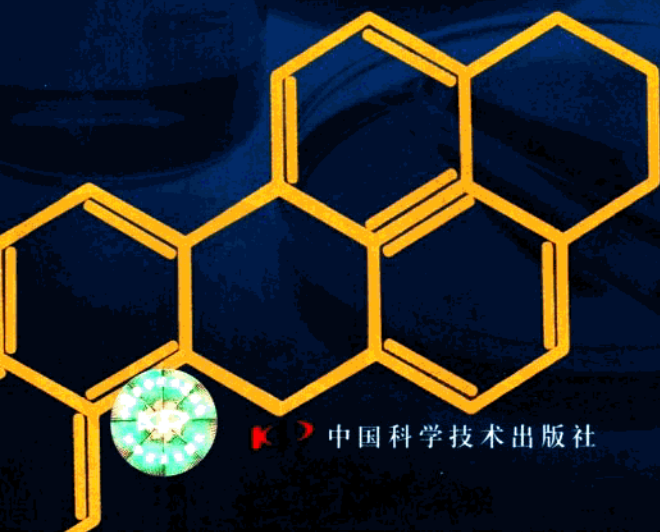


饲料药物添加剂 质量标准与检验方法

SILIAO YAOWU TIANJIAJI
ZHILIANG BIAOZHUN YU JIANYAN FANGFA

李祥明◎主编



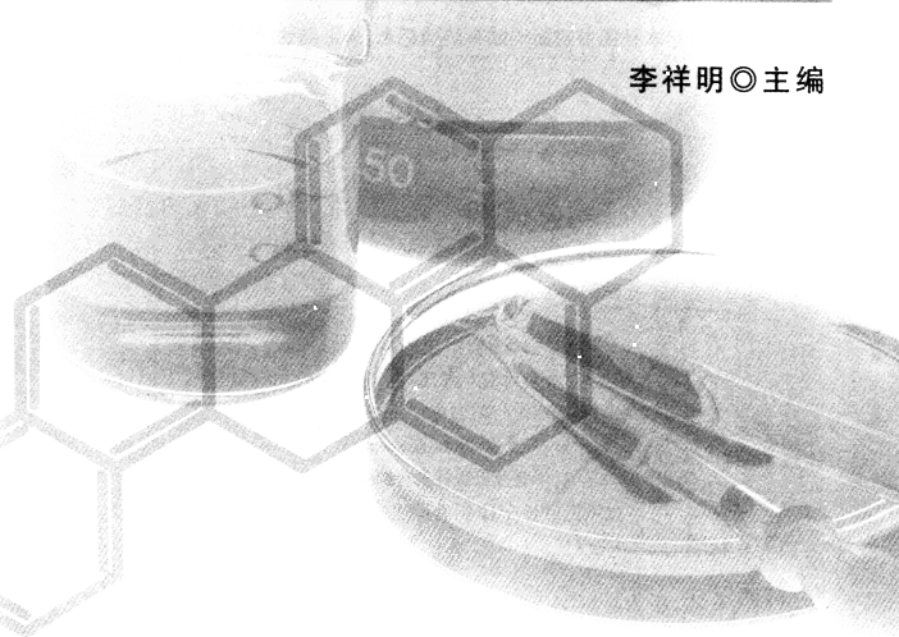
 中国科学技术出版社

饲料药物添加剂 质量标准与检验方法

SILIAO YAOWU TIANJIAJI

ZHILIANG BIAOZHUN YU JIANYAN FANGFA

李祥明◎主编



 中国科学技术出版社
北 京

图书在版编目(CIP)数据

饲料药物添加剂质量标准与检验方法/李祥明主编.
—北京:中国科学技术出版社,1999.3
ISBN 7-5046-2600-7

I. 饲... II. 李... III. ①饲料添加剂, 药物-质量标准
②饲料添加剂, 药物-质量检验 IV. S816.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 06416 号

自 2006 年 4 月起本社图书封面均贴有防伪标志,未贴防伪标志的为盗版图书。

中国科学技术出版社出版

北京市海淀区中关村南大街 16 号 邮政编码:100081

电话:010-62103210,62103198 传真:010-62183872

<http://www.kjpbooks.com.cn>

科学普及出版社发行部发行

北京长宁印刷有限公司印刷

*

开本:850 毫米×1168 毫米 1/32 印张:10.125 字数:300 千字

1999 年 3 月第 1 版 2006 年 7 月第 2 次印刷

印数:2001-3500 定价:30.00 元

前 言

按照农业部关于发布“饲料药物添加剂允许使用品种目录”的通知精神;维生素类、微量元素类、抑菌促生长剂类等8类94个品种属兽药范畴,均按兽药进行管理。这些品种的质量标准按《中国兽药典》、《兽药规范》等有关国家标准和专业标准执行。自1994年以来,山东省畜牧局按照农业部文件精神,审核批准的饲料药物添加剂品种100多个,基本满足了饲料工业生产的需要,有力地促进了畜禽养殖业的发展。

为了规范和指导饲料药物添加剂的生产、经营、使用和监督管理,保证饲料药物添加剂产品的质量,现将山东省畜牧局批准发布的《山东省饲料药物添加剂标准》(1994年)和山东省饲料监察所制订的《山东省饲料药物添加剂质量标准》(试行)(1997年)以及饲料药物添加剂的原料标准,即国家技术监督局和有关部门颁布的饲料添加剂标准等有关技术资料汇编成册,以供各级兽药监督、检验部门,饲料药物添加剂的生产、经营、使用单位和个人在工作中学习和使用。也可作为大专院校、科研院所的参考资料。

由于水平有限,在汇编过程中难免疏漏错误之处,敬请广大同仁批评指正。

编 者

1998年10月

目 录

一、山东省饲料药物添加剂标准(1994 年 10 月)

关于发布《畜禽用多种维生素预混剂》

等 10 个饲料药物添加剂山东省标准的通知	(2)
畜禽用多种维生素预混剂	(3)
畜禽用微量元素预混剂	(7)
畜禽用维生素、微量元素复合预混剂	(12)
维生素 AD ₃ 预混剂	(13)
维生素 B ₁ 预混剂	(15)
维生素 B ₂ 预混剂	(17)
亚硒酸钠—维生素 E 预混剂	(19)
维生素 C 预混剂	(20)
维生素 K ₃ 预混剂	(21)
腐植酸钠	(23)

二、山东省饲料药物添加剂质量标准(试行,1997 年 10 月)

关于《山东省饲料药物添加剂质量标准》试行的通知	(26)
饲用多种维生素预混剂通则	(27)
饲用复合维生素 B 可溶性粉通则	(31)
饲用微量元素预混剂通则	(33)
饲用维生素、微量元素复合预混剂通则	(39)
饲用维生素 AD ₃ E 预混剂	(44)
饲用维生素 AD ₃ 预混剂	(48)
饲用鱼肝油	(49)

饲用维生素 E 预混剂	(51)
饲用亚硒酸钠—维生素 E 预混剂	(52)
饲用维生素 K ₃ 预混剂	(55)
饲用维生素 B ₁ 预混剂	(56)
饲用维生素 B ₂ 预混剂	(58)
饲用维生素 B ₁₂ 预混剂	(60)
饲用维生素 C 预混剂	(62)
饲用腐植酸钠	(63)
饲用含硒腐植酸钠	(65)
饲用硒多糖预混剂	(67)
饲用甜菜碱	(69)
饲用双乙酸钠	(70)
饲用肉毒碱盐酸盐预混剂	(72)
饲用酵母粉(液体发酵)	(73)
饲用酵母粉(固体发酵)	(76)
饲用大蒜素油	(78)
饲用大蒜素粉预混剂	(79)

三、饲料药物添加剂原料质量标准

饲料添加剂	维生素 A 乙酸酯微粒(GB7292-87)	(85)
饲料添加剂	维生素 D ₃ 微粒(GB9840-88)	(91)
饲料添加剂	维生素 A/D ₃ 微粒(GB9455-88)	(100)
饲料添加剂	维生素 E(原料)(GB9454-88)	(111)
饲料添加剂	维生素 E 粉(GB7293-87)	(117)
饲料添加剂	维生素 K ₃ (GB7294-87)	(122)
饲料添加剂	维生素 B ₁ (盐酸硫胺)(GB7295-87)	(132)
饲料添加剂	维生素 B ₁ (硝酸硫胺)(GB7296-87)	(138)
饲料添加剂	维生素 B ₂ (核黄素)(GB7297-87)	(144)
饲料添加剂	维生素 B ₆ (GB7298-87)	(151)

饲料添加剂	D-泛酸钙(GB7299-87)	(158)
饲料添加剂	烟酸(GB7300-87)	(166)
饲料添加剂	烟酰胺(GB7301-87)	(173)
饲料添加剂	叶酸(GB7302-87)	(179)
饲料添加剂	维生素 B ₁₂ (氰钴胺)粉剂(GB9841-88)	(185)
饲料添加剂	维生素 C(抗坏血酸)(GB7303-87)	(190)
饲料添加剂	氯化胆碱(GB10818-89)	(196)
饲料添加剂	D-生物素(2%)(维生素 H)	(213)
饲料添加剂	碘酸钙(HG2418-93)	(216)
饲料级磷酸氢钙	(HG2636-94)	(224)
饲料级硫酸铜	(GB8249-87)	(238)
饲料级硫酸镁	(GB8250-87)	(245)
饲料级硫酸锌	(GB8251-87)	(253)
饲料级硫酸亚铁	(GB8252-87)	(261)
饲料级硫酸锰	(GB8253-87)	(268)
饲料级亚硒酸钠	(GB8254-87)	(275)
饲料级氯化钴	(GB8255-87)	(281)
饲料级碘化钾	(GB8256-87)	(288)

四、相关技术资料

关于发布“饲料药物添加剂允许使用品种目录”的通知	(296)
关于发布“兽药批准文号管理规定”的通知	(302)
干燥失重测定法(中国兽药典 1990 年版一部附录)	(308)
重金属检查法(中国兽药典 1990 年版一部附录)	(308)
砷盐检查法(中国兽药典 1990 年版一部附录)	(310)
pH 值测定法(中国兽药典 1990 年版一部附录)	(312)

一、山东省饲料药 物添加剂标准

(1994 年 10 月)

山东省畜牧局文件

(94)鲁牧法字第 93 号



关于发布《畜禽用多种维生素预混剂》 等 10 个饲料药物添加剂山东省标准的通知

各市、地畜牧(农牧)局:

现将“畜禽用多种维生素预混剂”等 10 个饲料药物添加剂的山东省标准予以发布,请遵照执行。以前我局发布的饲料药物添加剂的山东省标准中凡与本标准不一致的,均以本标准为准。

请各地将执行该标准的情况和问题及时报告我局。

附件:山东省饲料药物添加剂标准

1994 年 10 月 26 日

抄报:农业部

抄送:省技术监督局、省饲料、兽药监察所、各市(地)兽药监察所、各
兽药、饲料添加剂厂

畜禽用多种维生素预混剂

本品是以多种维生素为原料与适宜的载体或稀释剂按比例均匀混合配制而成的预混剂。含维生素 A 乙酸酯($C_{20}H_{29}O_2COCH_3$)、维生素 B_2 ($C_{17}H_{20}N_4O_6$)，分别应为标示量的 85% ~ 115%。

【性状】本品为干燥、松散、色泽一致的粉末、无发霉、结块及异味。

【鉴别】所含各种维生素定性鉴别均应呈阳性反应。

(1) 维生素 A 乙酸酯：称取样品 5g 置研钵中，加氯仿湿润后，研磨 3min，加氯仿 10mL，搅拌，继续研 2min 过滤。取滤液 2mL，加三氯化锑的氯仿溶液（取三氯化锑 1.0g 加氯仿使成 4mL）1mL，即显蓝色，并立即褪色。

(2) 维生素 D_3 ：取上述滤液 5mL 加乙酸酐 0.3mL、硫酸 0.1mL，振摇，初显黄色，渐变红色，并迅速变为紫色，最后呈绿色。

(3) 维生素 E：取样品约相当于维生素 E 15mg，加无水乙醇 10 ~ 20mL，搅拌溶液 5min，过滤。取滤液加硝酸 2mL，在 75℃ 水浴中加热 15min，溶液呈橙红色。

(4) 维生素 K_3 ：取样品 2g 于烧杯中，加 10mL 四氯化碳静置。撇去上层物，加热干燥，用乙二胺将余物浸湿，呈现灰绿色到黄褐色。

(5) 维生素 B_{12} ：称取样品 20g，加 100mL 水混匀，溶解 10min，中间搅拌两次，过滤。取滤液 5mL，加氢氧化钠溶液(43g/L) 2mL，加铁氰化钾溶液(100g/L，现用现配) 0.5mL 与正丁醇 5mL，强力振摇 2min，放置使分层。上面的醇层显强烈的蓝色荧光，加酸使成酸性，荧光即消失。再加碱成碱性，荧光又显出，示有盐酸硫胺存在。

取上述滤液 5mL，加氢氧化钠溶液(100g/L) 2mL，加铁氰化钾溶液(100g/L，现用现配) 0.5mL 与异丁醇 5mL，强力振摇 2min，放置使分层，上面的醇层显强烈的蓝色荧光，加酸使成酸性，荧光即消失。再加碱使成碱性，荧光又显出，示有硝酸硫胺存在。

(6) 维生素 B₂: 取上述滤液 1mL, 加水 10mL, 溶液在透射光下显淡黄绿色并有强烈的黄绿色荧光, 将溶液分成两份, 1 份加氢氧化钠溶液 (43g/L) 1mL, 荧光即消失, 另一份加连二亚硫酸钠结晶 0.2g, 荧光即消失, 黄色亦消褪。

(7) 维生素 B₆: 取上述滤液 2mL, 加水稀释成含维生素 B₆ 0.2mg/mL。各取 2mL 稀释液置甲、乙两个试管中, 各加乙酸钠溶液 (200g/L) 2mL, 甲管中加水 1mL, 乙管中加硼酸溶液 (40g/L) 1mL, 混匀, 各迅速加氯亚胺基 - 2, 6 - 二氯醌乙醇溶液 (5g/L) 1mL, 甲管中显蓝色, 几分钟后消失并转变为红色。乙管中不显蓝色。

(8) D - 泛酸钙: 取上述滤液 5mL, 加氢氧化钠溶液 (43g/L) 5mL, 振摇, 煮沸 1min, 放冷。加酚酞指示液 (10g/L 乙醇液) 1 滴, 加 1mol/L 盐酸至溶液褪色后再加 0.5mL, 加三氯化铁溶液 (100g/L) 2 滴, 即显鲜明的黄色。

取上述滤液 5mL, 加氢氧化钠溶液 (43g/L) 5mL, 振摇, 加硫酸铜溶液 (125g/L) 2 滴, 即显蓝紫色。

(9) 烟酸: 取上述滤液 2mL, 加 2, 4 - 二硝基氯苯 10mg, 加热至近干后, 再缓缓加热 30s, 放冷, 加氢氧化钾乙醇溶液 (35g/L) 3mL, 显紫红色。

取上述滤液 10mL, 加氢氧化钠溶液 (0.1mol/L) 至遇石蕊试纸显中性反应, 加硫酸铜溶液 (125g/L) 3mL, 即缓缓析出淡蓝色沉淀。

(10) 烟酰胺: 取上述滤液 5mL, 加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5mL, 缓缓煮沸, 即发生氨臭 (与烟酸区别)。继续加热到氨臭除去, 放冷。加酚酞指示液 (10g/L 乙醇溶液) 2 滴。用硫酸溶液 (6 + 100) 中和。加硫酸铜溶液 (125g/L) 2mL, 即缓缓析出蓝色沉淀, 分离沉淀, 灼灼, 即发生吡啶臭气。

(11) 维生素 C: 取上述滤液 2mL, 加硝酸银溶液 (17g/L) 0.5mL, 即发生银的黑色沉淀。

取样品 1.0g 于烧杯中, 加 10mL 四氯化碳, 静置, 撇除上层物, 加热干燥, 用硝酸银乙醇溶液 (30g/L) 浸湿试样, 蓝黑色为抗坏血酸

存在。

(12) 叶酸:称取样品约 0.2g,加氢氧化钠溶液(0.1mol/L) 10mL,振摇使溶解。用定性滤纸过滤后,滤液中加高锰酸钾溶液(0.1mol/L)1 滴,振摇混匀后溶液显蓝绿色。

(13) 氯化胆碱:取样品约相当于氯化胆碱 0.1g,加水 10mL 溶解过滤,取滤液 3mL,加 3mL 硫氰酸铬铵溶液(25g/L,现用现配),产生红色沉淀。

取上述滤液 3mL 加 2 滴碘化汞钾溶液(取 1.36g 二氯化汞,加 60mL 水溶解,另取 5g 碘化钾,加 10mL 水溶解,将两种溶液混合,用水稀释到 100mL),产生浅黄色沉淀。

【检查】干燥失重:取样品适量于 105℃干燥 3h 直至恒重。减失重量不得大于 10%(1990 年版《中国兽药典》一部附录 36 页)。

粒度:取样品 10g,筛动 2min,100% 通过 20 目筛,40 目筛上物不得大于 10%。

均匀度:取样品 5 个,按维生素 B₂ 的含量测定方法测其含量,求其平均含量,每个含量与平均含量相比较,含量差异大于 15% 的不得多于 1 个。可用平均含量结果作为维生素 B₂ 含量结果,不再单独测定含量。

【含量测定】维生素 A 乙酸酯含量测定:精密称取样品适量(约相当于维生素 A8000IU)置皂化瓶中,加乙醇 30mL 与氢氧化钾溶液(500g/L)3mL,置水浴中煮沸回流 30min。冷却后自冷凝管顶端加蒸馏水 10mL 冲冷凝管内部,将皂化液移至分液漏斗中,皂化液用 60 ~ 100mL 水,分数次洗涤,洗液并入分液漏斗中,用不含过氧化物的乙醚提取三次,第一次、第二次各 100mL,第三次 50mL。合并乙醚液,用水洗数次,每次约 100mL,洗涤时应缓缓旋动,避免乳化,直至水层遇酚酞指示液(10g/L 乙醇溶液)不再显红色。乙醚液用铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过。滤器用乙醚洗涤,洗液与乙醚合并,放入 250mL 棕色容量瓶中,用乙醚稀释至刻度,摇匀。精密量取上述乙醚液 10mL 于干燥的 25mL 容量瓶中,迅速加异丙醇稀释至刻度,使每

1mL 含维生素 A_{9~15} 单位, 摇匀。用分光光度法在 300nm、310nm、325nm 及 334nm 四个波长处测定吸光度, 并测定吸收峰波长, 吸收峰的波长应在 323~327nm 之间, 且 300nm 波长处的吸光度与 325nm 波长处的吸光度比值应不超过 0.73, 按下式计算校正吸光度:

$$A_{325}(\text{校正}) = 6.815A_{325} - 2.555A_{310} - 4.260A_{334}$$

$$\text{维生素 A 含量 (IU/g)} = \frac{\text{样液吸光度 } A_{325}(\text{校正}) \times 1830}{\text{样品质量 (g)} \times \frac{10}{250} \times \frac{100}{25}}$$

如果校正吸光度在未校正吸光度的 $\pm 8\%$ 以内; 或者 $A_{300}/A_{325} > 0.73$, 但吸收峰波长在 323~327nm 之间, 且 A_{300} 明显偏高时, 则仍以未经校正的吸光度, 即 A_{325} 计算含量。

注: 1. 甘油淀粉润滑剂: 取甘油 22g, 加入可溶性淀粉 9g, 加热至 140℃, 保持 30min, 并不断搅拌, 放冷, 即得。

2. 不含过氧化物的乙醚: 取乙醚 5mL 置总容量不超过 15mL 的具塞比色管中, 加新制的碘化钾淀粉溶液 (取碘化钾 10g, 加水溶解成 95mL, 再加淀粉指示液 5mL, 混合) 8mL, 密塞, 强力振摇 1min, 在暗处放置 30min, 两液层均不得染色。如不合乎规定, 可用 5% 硫代硫酸钠溶液振摇, 静置。分取乙醚层, 再用水振摇洗涤一次, 重蒸, 弃去首尾 5% 部分, 馏出的乙醚液再检查过氧化物, 应符合规定。

维生素 B₂ 含量测定: 避光操作。精密称取样品 2~3g, 置 250mL 锥形瓶中, 加冰乙酸 1mL, 加水 50mL, 置水浴上加热 1h, 并时时振摇, 防止结块, 加水 100mL 稀释, 放冷。将溶液全部转移至 250mL 棕色容量瓶中, 并用水稀释至刻度, 摇匀, 静置。精密吸取上清液适量 (约相当于维生素 B₂ 1mg) 置 50mL 容量瓶中, 加乙酸钠溶液 (14g/L) 7mL, 并用水稀释至刻度, 摇匀, 过滤。取续滤液, 用分光光度法在 444 ± 1 nm 波长处测定吸光度。同时做空白试验 (若滤液浑浊则以续滤液加少许连二亚硫酸钠结晶的褪色溶液为空白), 按下式计算含量:

$$\text{维生素 B}_2 \text{ 含量 (\%)} = \frac{\text{样液吸光度 (A)}}{323 \times \text{样品质量 (g)} \times \frac{\text{取上清液体积 (mL)}}{\text{样品定容体积 (mL)}} \times 2} \times 100$$

【作用与用途】用于预防和治疗维生素缺乏症,增强抗病力。

【用法与用量】将本品按一定量拌入饲料中混匀饲喂。

【贮藏】避光、干燥、密封保存。

【有效期】一年。

本标准由山东省饲料监察所负责起草。

本标准主要起草人:李有志、汤文利。

畜禽用微量元素预混剂

本品是以铜、铁、锌、锰等微量元素的化合物为原料,与适宜的载体或稀释剂按比例均匀混合配制而成的预混剂。铜、铁、锌、锰的含量分别为标示量的85%~120%。

【性状】本品为干燥松散、色泽一致的均匀粉末,无发霉、结块及异味。

【鉴别】所含各种无机离子定性鉴别均应呈阳性反应。

称取样品50g,置三角烧瓶中,加水约100mL,振摇。加塞放置过夜,用定性滤纸过滤,收集滤液做如下检查:

(1) 铜离子(Cu^{2+}):取滤液2mL,加5滴EDTA—2Na溶液(150g/L),5滴0.1mol/L氢氧化钠溶液、1mL铜试剂溶液(1g/L)、1mL乙酸乙酯。振摇后静置,有机层显黄棕色。

取滤液2滴于点滴板上,加硫脲溶液(25g/L)2滴、硝酸铋溶液(10g/L)1滴、碘化钾溶液(40g/L)1滴,形成橙红色沉淀。

(2) 亚铁离子(Fe^{2+}):取滤液2mL,加盐酸溶液(1+1)5滴、过硫酸铵少许,振摇。加硫氰酸铵溶液(80g/L)5滴,溶液呈血红色(如显色不明显,盐酸溶液(1+1)量适当增加)。同时做空白对照。

取滤液1mL,加盐酸溶液(1+1)1mL,氯化亚锡溶液(称取0.5g氯化亚锡于干燥烧杯中,溶于1mL浓盐酸,必要时加热,稀释到100mL)3滴,2,2-联吡啶乙醇溶液(20g/L)10滴,放置5min。加氯

仿 1mL,振摇,水层显淡红色(如显色不明显,盐酸溶液(1+1)量适当增加)同时做空白对照。

(3) 锌离子(Zn^{2+}):取滤液 1mL,加乙酸溶液(1+10)调 pH 为 4~5,加硫代硫酸钠溶液(150g/L)2 滴,双硫脲的四氯化碳溶液(10g/L)3 滴,氯仿 1mL,振摇后,有机层呈紫红色。

取滤液 1mL,加乙酸溶液(1+10)调 pH 为 4~5,加硫酸铜溶液(125g/L)2 滴、硫氰酸汞铵溶液(称取硫氰酸铵 5g 与二氯化汞 4.5g,加水溶解成 100mL)3 滴,生成紫色沉淀,继续滴加硫氰酸汞铵溶液,溶液呈绿色。

(4) 锰离子(Mn^{2+}):取滤液 3 滴于点滴板上,加浓硝酸 3 滴,铈酸钠粉末少许,产生紫红色。

(5) 镁离子(Mg^{2+}):取滤液 2 滴于点滴板上,加 EDTA-2Na 溶液(150g/L)1 滴,氢氧化钠溶液(0.01mol/L)1 滴,镁试剂(称取 0.01g 镁试剂于 100mL 2mol/L 的氢氧化钠溶液中)1 滴,生成蓝色沉淀或溶液。

取滤液 2 滴于点滴板上,加 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 2 滴,达旦黄溶液(1g/L)2 滴,有粉红色沉淀产生。

(6) 钴离子(Co^{2+}):取滤液 2mL,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(称乙酸钠 2.7g 加冰乙酸 60mL,溶于 100mL 水中)2mL,钴试剂溶液(1g/L 乙醇溶液)3 滴,盐酸溶液(2+1)3 滴,溶液显红色。

取滤液 1mL,加乙醇 10 滴,PAN 试液(5g/L 乙醇溶液)1 滴,溶液显红色。加盐酸溶液(2+1)5 滴,溶液变黄色。

(上述方法如显色不明显,盐酸溶液(2+1)量适当增加。)

(7) 亚硒酸根离子(SeO_3^{2-}):取滤液 2mL,加 EDTA-2Na 溶液(150g/L)5 滴,甲酸溶液(1+10)5 滴,用盐酸溶液(1+1)调 pH 到 2~3,加硒试剂溶液(称取 0.5g 硒试剂,用新沸冷水溶解至 100mL,现用现配)10 滴,摇匀,放置 10min,有紫色沉淀产生。

(8) 碘离子(I^-):取样品 20g,在直径 10cm 的培养皿中摊平,加盐酸溶液(1+1)5mL,双氧水溶液(取双氧水 10mL,加水稀释

100mL)5mL,淀粉指示液(取可溶性淀粉0.5g,加水5mL,搅匀后,缓缓倾入100mL沸水中,随加随搅拌,继续煮沸2min,放冷,倾取上清液即得。现用现配)数滴,有蓝点出现。

取滤纸在淀粉指示液中浸泡,干燥。将滤纸放平,滴1滴双氧水试液,撒少许样品于滤纸上,出现蓝色。

【检查】干燥失重:取样品适量于105℃干燥3小时至恒重。减失重量不得大于5%(1990年版《中国兽药典》一部附录36页)。

粒度:取样品10g,筛动2min。100%通过40目筛,60目筛上物不得大于10%。

均匀度:取样品5个,依铁含量测定方法测其含量,求其平均含量,每个含量与平均含量相比较,含量差异大于15%的不得多于1个。可用平均含量结果作为铁含量结果,不再单独测定含量。

重金属:取样品1g,加水10mL溶解,静置。过滤于50mL纳氏比色管中。用水少量多次洗残渣至无硫酸根离子(用1滴20g/L二氯化钡溶液和1滴2mol/L盐酸溶液检查滤液,无白色沉淀),加抗坏血酸0.5~1g,依法检查(1990年版《中国兽药典》一部附录34页第一法),重金属含量不得大于20mg/kg。

砷盐:取样品1g,加水20mL溶解后,加盐酸5mL,依法检查(1990年版《中国兽药典》一部附录35页),含砷量不得大于10mg/kg。

【含量测定】精密称取硝酸铜 $[\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯)0.3821g、三氯化铁 $[\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯)0.4889g,氧化锌 $[\text{ZnO}]$ (基准级)0.1245g,二氯化锰 $[\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯)0.3602g,用0.1mol/L盐酸溶液分别溶解,一并转移至1000mL容量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液定容至刻度。此混合标准溶液中Cu、Fe、Zn、Mn的浓度均为100 $\mu\text{g/L}$ 。

吸取上述溶液10mL,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至100mL,制成铜、铁、锌、锰混合工作标准溶液,其Cu、Fe、Zn、Mn的浓度均为10 $\mu\text{g/mL}$ 。此溶液现用现配。

称取样品0.5~1g于150mL烧杯中,加盐酸溶液(1+1)10mL

溶解,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,干过滤。

铜含量测定:分别吸取混合工作标准溶液 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50mL(相当于 0、5、10、15、20、25 μ gCu)置于 60mL 分液漏斗中加水至 20mL。各加入 5mL 柠檬酸铵-EDTA-2Na 溶液(取 20g 柠檬酸铵及 5gEDTA-2Na 溶于水中,加水稀释至 100mL)和 3 滴酚红指示剂溶液(1g/L 乙醇溶液),混匀。用 1+1 氨水调至红色,各加 2mL 铜试剂溶液(1g/L)和 10.0mL 四氯化碳,振摇 2min,静置 5min。四氯化碳层经脱脂棉滤入 1cm 比色皿中,用分光光度法于 440nm 处测吸光度,绘制标准工作曲线。

准确移取滤液适量(约相当于 5~25 μ g 铜)于 60mL 分液漏斗中按标准曲线方法处理,以试剂空白调零,测定试样溶液的吸光度,从标准曲线查出铜含量。

$$\text{样品中铜含量 (mg/kg)} = \frac{\text{标准曲线上查得铜含量}(\mu\text{g}) \times 1000}{\text{样品质量 (g)} \times \frac{\text{取滤液体积 (mL)}}{\text{样品定容体积 (mL)}} \times 1000}$$

铁含量测定:分别吸取混合工作标准溶液 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL(相当于 0、20、40、60、80、100 μ gFe)于 50mL 容量瓶中,加入盐酸羟胺溶液(100g/L)2mL,摇匀,放置 5min。再加入乙酸盐缓冲液(取 8.3g 无水乙酸钠于水中,加入 12mL 冰乙酸,用水稀释至 100mL)5mL,加邻菲罗啉溶液(1g/L)5mL,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10min。用分光光度法在 510nm 处测定吸光度,绘制标准工作曲线。

准确移取滤液适量(约相当于 20~100 μ g 铁)于 50mL 容量瓶中,按标准曲线方法处理,以试剂空白调零,测定试样溶液的吸光度,从标准曲线查出含铁量。

$$\text{样品中铁含量 (mg/kg)} = \frac{\text{标准曲线上查得铁含量}(\mu\text{g}) \times 1000}{\text{样品质量 (g)} \times \frac{\text{取滤液体积 (mL)}}{\text{样品定容体积 (mL)}} \times 1000}$$

锌含量测定:分别吸取混合工作标准溶液 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80mL(相当于 0、1、2、4、6、8 μ gZn)于 60mL 分液漏斗