

备案号:7474—2000

HG 2934—2000

前 言

本标准是非等效采用《日本饲料添加物法令要览》(1995年版)(以下简称《要览》)中“硫酸锌”产品规格,对化工行业标准 HG 2934—1987《饲料级 硫酸锌》进行修订而成。

本标准与《要览》中“硫酸锌”产品规格的主要差异为:

——本标准分为两个类别:Ⅰ类为一水硫酸锌,Ⅱ类为七水硫酸锌;而《要览》分为干燥硫酸锌和七水硫酸锌。

——本标准Ⅰ类产品的硫酸锌含量不小于94.7%,Ⅱ类产品中硫酸锌的含量不小于97.3%;《要览》中干燥硫酸锌的主含量不小于80%,七水硫酸锌的主含量为99.0%~102.0%。

——本标准比《要览》增加了镉含量的指标要求。

——试验方法中主含量的测定,本标准比《要览》增加了掩蔽剂的使用,铅含量的测定采用双硫脲-三氯甲烷萃取比色和原子吸收分光光度法并列。

本标准与 HG 2934—1987 的技术差异为:

——对硫酸锌主含量指标进行调整。主含量的测定方法中增加了掩蔽剂的使用,消除了其他金属离子的干扰,从而能真实反映产品质量。

——本标准取消了重金属指标,以铅含量指标代替,增加了相应的试验方法。

——本标准增加了镉含量指标。

——本标准取消了水不溶物指标。

中华人民共和国化工行业标准

表1 要求

%

项 目	指 标	
	I类 (ZnSO ₄ ·H ₂ O)	I类 (ZnSO ₄ ·7H ₂ O)
硫酸锌含量	≥ 94.7	97.3
锌(Zn)含量	≥ 34.5	22.0
砷(As)含量	≤ 0.000 5	0.000 5
铅(Pb)含量	≤ 0.002	0.001
镉(Cd)含量	≤ 0.003	0.002
细度,通过 250 μm 试验筛	≥ 95	—
通过 800 μm 试验筛	—	95

5 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:本标准中所用有机物双硫脲四氯化碳溶液需低温贮存,避免形成光气,危害人体健康;本试验中所需强酸、强碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免与皮肤接触;万一溅在皮肤上,立即用大量水冲洗,严重者及时治疗!

5.1 鉴别试验

5.1.1 试剂和材料

5.1.1.1 三氯甲烷。

5.1.1.2 乙酸溶液:1+10。

5.1.1.3 硫酸钠溶液:250 g/L。

5.1.1.4 双硫脲四氯化碳溶液:1+100。

5.1.1.5 氯化钡溶液:50 g/L。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 锌离子的鉴别

称取 0.2 g 试样,溶于 5 mL 水中。移取 1 mL 试液,用乙酸溶液调节溶液的 pH 值为 4~5,加 2 滴硫酸钠溶液,再加数滴双硫脲四氯化碳溶液和 1 mL 三氯甲烷,振摇后,有机层显紫红色。

5.1.2.2 硫酸根离子的鉴别

取试样溶于水,加氯化钡溶液,即产生白色沉淀,此白色沉淀不溶于盐酸溶液。

5.2 硫酸锌含量和锌含量的测定

5.2.1 方法提要

将硫酸锌用硫酸溶液溶解,加适量水,加入氟化铵溶液、硫脲、抗坏血酸作为掩蔽剂,以乙酸-乙酸钠溶液调节 pH 值为 5~6,以二甲酚橙为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 碘化钾。

5.2.2.2 抗坏血酸。

5.2.2.3 硫脲溶液:200 g/L。

5.2.2.4 氟化铵溶液:200 g/L。

5.2.2.5 硫酸溶液:1+1。

5.2.2.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=5.5。

称取 200 g 乙酸钠,溶于水,加 10 mL 冰醋酸,稀释至 1 000 mL。

5.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

5.2.2.8 二甲酚橙指示液:2 g/L,使用期不超过 1 周。

5.2.3 分析步骤

称取 0.3 g 七水硫酸锌试样(或 0.2 g 一水硫酸锌试样)(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加少量水润湿,滴加 2 滴硫酸溶液使试样溶解,加 50 mL 水、10 mL 氟化铵溶液、2.5 mL 硫脲溶液、0.2 g 抗坏血酸,摇匀溶解后加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 3 滴二甲酚橙指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。

同时作空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的七水硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.2876}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.2876——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的七水硫酸锌的质量。

以质量百分数表示的一水硫酸锌(以 $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.1795}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.1795——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的一水硫酸锌的质量。

以质量百分数表示的锌含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.06539}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.06539——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的锌的质量。

5.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值:一水硫酸锌和七水硫酸锌不大于 0.2%, 锌(Zn)不大于 0.15%。

5.3 砷含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性介质中,碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),与新生态的氢生成砷化氢,砷化氢在溴化汞试纸上形成砷斑,与标准砷斑比较。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 盐酸。

5.3.2.2 碘化钾。

5.3.2.3 无砷金属锌。

5.3.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.3.2.5 砷标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg As。

制备:用移液管移取 1.00 mL 按 GB/T 602 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前配制。

5.3.2.6 溴化汞试纸。

5.3.2.7 乙酸铅棉花。

5.3.3 仪器、设备

定砷器。

5.3.4 分析步骤

以铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横轴相交处,即为试验溶液中的铅质量。

5.4.1.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100 = \frac{0.1m_1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铅的质量,mg;

m ——试样的质量,g。

5.4.1.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.0003%。

5.4.2 双硫脲比色法

安全警告:本方法操作过程中要使用到剧毒药品氰化钾,注意绝不能与皮肤接触或吸入人体。氰化钾药品和溶液必须按剧毒药品要求保存。含氰化钾的试验废液按附录A中规定处理。

5.4.2.1 方法提要

在碱性条件下,用氰化钾溶液掩蔽除铅以外的干扰金属离子,在pH=10时,以双硫脲-三氯甲烷溶液萃取样品中的铅并为之显色,与标准比色溶液比较,判断铅含量是否在限定之内。

5.4.2.2 试剂和材料

- a) 盐酸羟胺。
- b) 柠檬酸铵溶液:400 g/L。
- c) 氨-氯化铵缓冲溶液(甲):pH=10。
- d) 氰化钾溶液:150 g/L。
- e) 双硫脲-三氯甲烷溶液:0.02 g/L。

制备:溶解0.02 g双硫脲于1 L三氯甲烷中,在10℃下避光保存。

- f) 铅标准溶液:1 mL溶液含0.010 mg Pb。

制备:用移液管移取10.00 mL按GB/T 602配制的铅标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。稀释液使用前制备。

5.4.2.3 分析步骤

称取(0.5±0.01) g试样,置于50 mL比色管中,加25 mL水溶解,加5 mL柠檬酸铵溶液、5 mL氨-氯化铵缓冲溶液(甲)、10 mL氰化钾溶液,摇匀。加0.5 g盐酸羟胺,摇匀。加入5 mL双硫脲-三氯甲烷溶液后振摇1 min。待溶液分层后,双硫脲-三氯甲烷萃取层所呈颜色不得红于标准比色溶液。

标准比色溶液用移液管移取1.00 mL(测七水硫酸锌)或0.50 mL(测一水硫酸锌)铅标准溶液与试样同时同样处理。

5.5 镉含量的测定

5.5.1 方法提要

在稀硝酸介质中,于原子吸收分光光度计波长228.8 nm处,使用空气-乙炔火焰,采用标准曲线法测定。

5.5.2 试剂和材料

- 5.5.2.1 硝酸溶液:1+1。

- 5.5.2.2 镉标准溶液:1 mL含0.01 mg Cd。

制备:用移液管移取10 mL按GB/T 602配制的镉标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.3 仪器、设备

- 5.5.3.1 原子吸收分光光度计。

5.5.3.2 镉空心阴极灯。

5.5.4 仪器工作条件

5.5.4.1 波长:228.8 nm。

5.5.4.2 火焰:空气-乙炔。

5.5.5 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g),溶于 30 mL 水中,加 5 mL 硝酸溶液,溶解后移入 100 mL 容量瓶

6.2 每批产品不超过 20 t。

6.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样,将采得的样品充分混匀后,按四分法缩分至约 500 g,立即分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

6.4 饲料级硫酸锌应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的饲料级硫酸锌都符合本标准的要求。每批出厂的饲料级硫酸锌都应附有质量证明书,内容同 GB 10648 的规定。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料级硫酸锌进行验收,验收时间在货到 1 个月内进行。

6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装中采样重新复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7 标志、标签

7.1 饲料级硫酸锌包装上应有牢固清晰的标志。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“饲料级”

附 录 A

(提示的附录)

含氰化钾废液的处理

为了防止含氰化钾废液的污染,每天分析后含氰化钾废液均应进行后处理方可排放。

A1 方法提要

在碱性条件下,二价铁和氰离子生成稳定的络合离子。

A2 处理步骤

将废液收集于 500 mL 烧杯中,加入 1200 g/L 的硫酸亚铁溶液 50 mL,搅拌,充分反应后排放。
上述所用药剂均应是工业级。
