

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3774~3776—2005

饲料添加剂 (2005)

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

ICS 65.120

B 46

备案号: 16318—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3775—2005

饲料级 硫酸钴

Feed grade cobalt sulfate

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准修改采用《日本饲料添加物法令要览》第六版“硫酸钴”(日文版)。

本标准根据《日本饲料添加物法令要览》第六版“硫酸钴”进行制订,考虑我国国情,在采用日本标准时,本标准做了一些修改。有关技术差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。

本标准与《日本饲料添加物法令要览》第六版“硫酸钴”的主要技术差异如下。

——分为七水硫酸钴和一水硫酸钴,主含量指标以钴的质量分数计,砷和铅指标严于《日本饲料添加物法令要览》第六版“硫酸钴”。

——增加了水不溶物和细度两项指标和试验方法。

——钴含量测定采用丙酮法,不采用 EDTA 直接滴定法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、河北雄威化工股份有限公司。

本标准主要起草人:王璐璐,王杏田。

饲料级 硫酸钴

1 范围

本标准规定了饲料级硫酸钴的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于饲料级硫酸钴。

分子式： $\text{CoSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n=1$ 或 $n=7$)

相对分子质量：173.0(干燥品或一水硫酸钴)(按 2001 年国际相对原子质量)

281.1(结晶品或七水硫酸钴)(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件的条款通过在本标准中引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1 : 97)

GB/T 610.1 1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1 : 1990)

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定方法

GB/T 13080 饲料中铅的测定方法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观：本品为粉红色结晶粉末或红棕色结晶。

3.2 饲料级硫酸钴应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	七水硫酸钴	一水硫酸钴
硫酸钴[以钴(Co)计]质量分数, %	≥ 20.5	33.0
水不溶物质量分数, %	≤ 0.02	—
砷(As)质量分数, %	≤ 0.000 3	0.000 5
铅(Pb)质量分数, %	≤ 0.001	0.002
细度(通过 800 μm 网孔试验筛)质量分数, %	≥ 95	
细度(通过 280 μm 网孔试验筛)质量分数, %	≥	95

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

4.2 一般规定

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—1992 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

4.3 鉴别

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸溶液:2+1。

4.3.1.2 氯化钡溶液:250 g/L。称取 25.0 g 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水中。

4.3.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 3 的缓冲溶液。

4.3.1.4 钴试剂{4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1,3-二氨基苯}:1 g/L 乙醇溶液。称取 0.1 g 钴试剂溶于 100 mL 乙醇(95%)中,于棕色瓶中保存。

4.3.2 鉴别方法

4.3.2.1 钴离子的鉴别

取 1 g 试样溶于 100 mL 水中,加 2 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,加 3 滴钴试剂和 3 滴盐酸溶液,溶液呈现红色。

4.3.2.2 硫酸根鉴别

取 1 g 试样溶于水,加 1 mL 盐酸溶液,稀释到 100 mL,加氯化钡溶液,即有白色沉淀生成。

4.4 钴含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的钴和硫氰酸根生成硫氰酸钴 $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ 离子式的络合物,在丙酮存在下,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定,到达终点时,蓝色消失。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 盐酸羟胺;

4.4.2.2 硫氰酸铵;

4.4.2.3 丙酮;

4.4.2.4 氟化铵溶液:200 g/L 溶液;

4.4.2.5 乙酸铵饱和溶液;

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

4.4.3 分析步骤

称取约 0.25 g(一水硫酸钴)或约 0.40 g(七水硫酸钴)试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中。加 50 mL 水、0.25 g 盐酸羟胺、10 g 硫氰酸铵、10 mL 氟化铵溶液、4 mL 乙酸铵饱和溶液,摇匀。再加 50 mL 丙酮,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至蓝色全部消失即为终点。

4.4.4 结果计算

硫酸钴含量以钴(Co)的质量分数 W_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{(v/1000)cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

v ——滴定试验溶液时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.4.2.6)体积数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——钴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.93$);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

4.5 水不溶物的测定

4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 玻璃砂坩埚:孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$;

4.5.1.2 电烘箱:能控制温度在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 。

4.5.2 分析步骤

称取约20 g试样,精确至0.01 g,置于400 mL烧杯中,加200 mL水,使试样溶解,在水浴上保温1 h以后,用恒重的玻璃砂坩埚过滤,以热水洗涤滤渣至洗液无色,于 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 电烘箱中烘至恒重。

4.5.3 结果计算

水不溶物的质量分数 W_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——水不溶物和玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

4.6 砷含量的测定

4.6.1 分光光度法(仲裁法)

称取约1 g试样,精确到0.01 g,溶于50 mL水中,按GB/T 13079的规定进行测定和计算。

4.6.2 砷斑法

称取 (1.00 ± 0.01) g试样,溶于50 mL水中,按GB/T 610.1—1988中第6章进行测定。试样产生的砷斑颜色不得深于标准溶液产生的颜色。

标准溶液是用移液管移取3 mL或5 mL(1 mL含有 $1\ \mu\text{g As}$;对于七水硫酸钴取3 mL,对于一水硫酸钴取5 mL)砷标准溶液,与试样同时同样处理。

4.7 铅含量的测定

称取约1 g试样,精确到0.01 g,加适量水溶解,转移至50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,按GB/T 13080的规定进行测定和计算。

4.8 细度的测定

4.8.1 仪器、设备

试验筛:符合GB/T 6003.1—1997规定的R20系列, $\phi 200 \times 50$ —0.8/0.45或 $\phi 200 \times 50$ —0.28/0.18。

4.8.2 分析步骤

称取约50 g试样,精确至0.01 g,置于试验筛中进行筛分,将筛下物称量,精确至0.01 g。

4.8.3 结果计算

细度的质量分数 W_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——筛下物质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,单位为克(g).