

备案号:10089—2002

HG 2938—2001

前 言

本标准表 1 中砷和铅指标为强制性,其余指标为推荐性。本标准的 4.4 和 4.5 为强制性,其余为推荐性。

本标准是对强制性化工行业标准 HG 2938—1987《饲料级 氯化钴》修订而成。

本标准与 HG 2938—1987 的主要技术差异为:

——将钴含量(Co)指标由 24.3%调整为 24.0%;氯化钴含量($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)由 98.0%调整为 96.8%。

——砷含量的测定增加了银盐法,并将此法作为仲裁法。

——铅含量测定采用饲料中铅的测定方法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2938—1987。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由化学工业无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、中化河北集团雄县化工总厂。

本标准主要起草人:李光明、王杏田、杨贺文。

本标准 1987 年首次发布为国家标准,1992 年调整为化工行业标准,1997 年转化为强制性化工行业标准,并重新编号为 HG 2938—1987。

本标准委托化学工业无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2938—2001

饲料级 氯化钴

代替 HG 2938—1987

Feed grade—Cobalt chloride

1 范围

本标准规定了饲料级氯化钴的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。本标准适用于饲料级氯化钴。该产品经预混后作为饲料中钴的补充剂。

分子式： $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：237.93(按 1999 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

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

GB/T 6678—1986 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(eq. ISO 3696:1987)

GB 10648—1999 饲料标签

GB/T 13079—1999 饲料中总砷的测定

GB/T 13080—1991 饲料中铅的测定方法

3 要求

3.1 外观:本品为红色或红紫色结晶。

3.2 饲料级氯化钴应符合表 1 要求,

表 1 要求

%

项 目	指 标
氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的质量分数	\geq 96.8
钴(Co)的质量分数	\geq 24.0
水不溶物	\leq 0.03
砷(As)的质量分数	\leq 0.000 5
铅(Pb)的质量分数	\leq 0.001
细度,通过 800 μm 试验筛	\geq 95
注:砷和铅为强制性指标,其余为推荐性指标。	

国家经济贸易委员会 2002-01-24 批准

2002-07-01 实施

4 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 之规定制备。

安全提示:试验中所用盐酸具有腐蚀性,操作时应小心。如溅在皮肤上,立即用水冲洗。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸溶液:2+1。

4.1.1.2 硝酸银溶液:17 g/L。

4.1.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 2.7 g 乙酸钠,加 60 mL 冰乙酸溶于 100 mL 水中。

4.1.1.4 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。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 钴离子的鉴别

取试样溶液,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。

4.1.2.2 氯离子鉴别

取试样溶液,加硝酸银溶液,即有白色沉淀生成。在硝酸中不溶解。

4.2 氯化钴含量的测定

4.2.1 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)标准滴定溶液与钴生成络合物,到达终点时,蓝色消失。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸羟胺。

4.2.2.2 硫氰酸铵。

4.2.2.3 丙酮。

4.2.2.4 乙酸铵饱和溶液。

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

4.2.3 分析步骤

称取约 0.35~0.40 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,加 0.25 g 盐酸羟胺,加 10 g 硫氰酸铵,加 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。

4.2.4 分析结果的表述

以质量分数表示的氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量(X_1),按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{cV \times 0.2379}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

以质量分数表示的钴(Co)含量(X_2),按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{cV \times 0.05893}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V ——滴定时消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.237 9——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表

示的氯化钴的质量；

0.058 93——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的钴的质量。

4.2.5 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不大于 0.2%。

4.3 水不溶物的测定

4.3.1 仪器、设备

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

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

4.3.2 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°C 电烘箱中烘至恒重。

4.3.3 分析结果的表述

以质量分数表示的水不溶物含量 (X_3)，按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： m_1 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量，g；

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.3.4 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 0.005%。

4.4 砷含量的测定

4.4.1 银盐法(仲裁法)

4.4.1.1 方法提要

同 GB/T 13079—1999 第 2 章。

4.4.1.2 试剂和材料

同 GB/T 13079—1999 第 3 章。

4.4.1.3 仪器、设备

同 GB/T 13079—1999 第 4 章。

4.4.1.4 分析步骤

a) 试验溶液的制备

称取 $(1.0 \pm 0.01) \text{ g}$ 试样，溶于 50 mL 水中。

b) 工作曲线的绘制

按 GB/T 13079—1999 中 5.2 的规定操作。

c) 测定

将试验溶液按 GB/T 13079—1999 中 5.3 的规定从“准确吸取适量溶液……”开始进行测定。

4.4.1.5 分析结果的表述

以质量分数表示的砷(As)含量 (X_4)，按式(4)计算：

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

式中： m_1 ——测定所得的试样中砷的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.4.1.6 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 0.000 1%。

4.4.2 砷斑法

称取(1.0±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 5 mL(1 mL 含有 1 μg As)砷标准溶液,与试样同时同样处理。

4.5 铅含量的测定

4.5.1 方法提要

同 GB/T 13080—1991 第 2 章。

4.5.2 试剂和材料

同 GB/T 13080—1991 第 3 章。

4.5.3 仪器、设备

同 GB/T 13080—1991 第 4 章。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 试验溶液的制备

称取(1.0±0.01) g 试样,加适量水溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.4.2 工作曲线的绘制

按 GB/T 13080—1999 中 6.2 的规定操作。

4.5.4.3 测定

将试验溶液按 GB/T 13080—1991 中 6.3 的规定从“精确吸取……”进行测定。

4.5.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铅(Pb)含量(X_5),按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——测定所得的试样中铅的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.5.6 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 0.000 2%。

4.6 细度的测定

4.6.1 仪器、设备

试验筛:符合 GB/T 6003.1 规定的 R40/3 系列,φ200 mm×50 mm/0.800 mm。

4.6.2 试验步骤

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)。

4.6.3 分析结果的表述

以筛下物的质量分数表示的细度(X_6),按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——筛下物的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.6.4 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 0.2%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 1 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时,从每个选取的包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处,用采样器取出不少于 500 g 的样品,将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约 200 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,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。

5.4 饲料级氯化钴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。生产厂应保证所出厂的饲料级氯化钴都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料级氯化钴产品进行验收,验收时间在货到之日起一个月内进行。

5.6 检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验。复验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6 标志、标签

6.1 饲料级氯化钴包装袋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”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证号和本标准编号。

6.2 每批出厂产品应附有标签,标签的内容符合 GB 10648 的规定。

7 包装、运输、贮存

7.1 饲料级氯化钴内包装采用两层聚乙烯薄膜袋,外包装采用塑料编织袋包装。每袋净含量 25 kg。用户对包装有特殊要求时,可供需协商。

7.2 饲料级氯化钴的包装,薄膜袋用维尼龙绳或其质量相当的绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口。外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.3 饲料级氯化钴在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运。

7.4 饲料级氯化钴应贮存在干燥库房处,防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。