

# 中华人民共和国化工行业标准

HG 2418—93

## 饲料添加剂 碘酸钙

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了饲料添加剂碘酸钙的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存等。  
本标准适用于过氧化氢法、复分解法生产的饲料添加剂碘酸钙。

分子式： $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：407.90(按 1989 年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 6678 化工产品采样总则

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标志

### 3 技术要求

3.1 外观：本品为白色结晶或结晶性粉末。

3.2 技术指标应符合下表要求。

项 目	指 标
主含量(以 $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ 计), %	$\geq 95.0$
(以 I 计), %	$\geq 61.8$
砷(As)含量, %	$\leq 0.0005$
重金属(以 Pb 计)含量, %	$\leq 0.001$
氯酸盐	合格
酸溶试验	澄清
细度(过 $180\mu\text{m}$ 试验筛), %	$\geq 95$

### 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 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 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

#### 4.1 鉴别

中华人民共和国化学工业部 1993-03-08 批准

1994-01-01 实施

## 4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸(GB 622);

4.1.1.2 次亚磷酸溶液:1+4 溶液;

4.1.1.3 可溶性淀粉溶液:10g/L。

## 4.1.2 碘酸根离子鉴别

取 5mL 本品之饱和溶液,加 1 滴淀粉溶液(4.1.1.3)及 2 滴次亚磷酸溶液(4.1.1.2),溶液呈现易消失的蓝色。

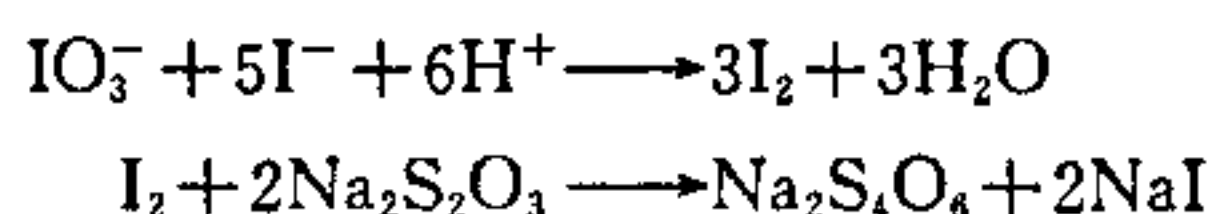
## 4.1.3 钙离子的鉴别

本品经盐酸(4.1.1.1)湿润后,进行焰色反应时,呈红色。

## 4.2 主含量的测定

## 4.2.1 方法提要

在酸性溶液中,碘酸根离子被碘离子还原成游离碘,然后用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定。反应式如下:



## 4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 高氯酸(GB 623);

4.2.2.2 碘化钾(GB 1272);

4.2.2.3 硫代硫酸钠(GB 637)标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1mol/L;

4.2.2.4 可溶性淀粉溶液:10g/L。

## 4.2.3 分析步骤

称取约 0.6g 试样,精确至 0.000 2g,置于 150mL 烧杯中。加入 10mL 高氯酸(4.2.2.1)及 10mL 水,微热溶解试样,冷却后转移至 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 50mL 置于 250mL 碘量瓶中,加入 1mL 高氯酸(4.2.2.1),3g 碘化钾(4.2.2.2),盖住瓶口,稍一旋转,静置 5min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.2.2.3)滴定。近终点时,加入 2mL 淀粉溶液(4.2.2.4),继续滴定至蓝色消失为终点,同时进行空白试验。

## 4.2.4 分析结果的表述

主含量[以  $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$  计]质量百分数( $X_1$ )按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{0.03249(V - V_0) \cdot c}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

主含量(以 I 计)质量百分数( $X_2$ )按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{0.02115(V - V_0) \cdot c}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: $c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, mL;

$V_0$ ——滴定空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, mL;

$m$ ——试料质量, g;

0.032 49——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$ ] 相当的, 以克表示的碘酸钙 [ $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ ] 的质量;

0.021 15——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$ ] 相当的, 以克表示的碘 (I) 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 0.3%。

### 4.3 砷含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

在酸性溶液中, 以碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷, 三价砷与新生态氢作用生成砷化氢气体, 在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑, 与标准色斑进行比较。

#### 4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸(GB 622);

4.3.2.2 无砷金属锌(GB 2304);

4.3.2.3 盐酸(GB 622)溶液: 2+1 溶液;

4.3.2.4 碘化钾(GB 1272)溶液: 150g/L;

4.3.2.5 氯化亚锡(GB 638)溶液: 400g/L;

4.3.2.6 砷标准溶液: 1mL 溶液含有 0.001 0mgAs。用移液管移取 10mL 按 GB 602 配制的砷标准溶液, 置于 1 000mL 容量瓶中用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液只限当日使用。

4.3.2.7 乙酸铅(HG 3—947)棉花;

4.3.2.8 溴化汞(GB 1398)试纸。

#### 4.3.3 仪器、设备

##### 4.3.3.1 定砷器。

#### 4.3.4 分析步骤

称取  $0.40 \pm 0.01\text{g}$  试样, 置于 150mL 烧杯中, 加 5mL 盐酸溶液(4.3.2.3), 在沸水浴上蒸干。再加 5mL 盐酸溶液(4.3.2.3), 在沸水浴上蒸干, 如此反复操作直至无碘的黄色形成为止。残渣加 10mL 水于水浴上加热溶解。全部转移至测砷瓶中, 加水至总体积约 25mL, 加入 5mL 盐酸(4.3.2.1)、5mL 碘化钾溶液(4.3.2.4)和 5 滴氯化亚锡溶液(4.3.2.5), 摇匀, 室温放置 10min。向上述测砷瓶中加入 3g 无砷乙酸铅棉花(2.2.2)并立即塞上预先准备好的乙酸铅棉花(2.2.2)及溴化汞试纸(2.2.2)的测砷管(2.2.2)放置 1h。取出溴化汞试纸观察, 试样砷斑不得深于标准。

标准是用移液管移取 2.00mL 砷标准溶液(4.3.2.6)与试样同时同样处理。

### 4.4 重金属含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

在弱酸性溶液中, 重金属离子与硫化氢作用, 生成棕黑色, 与同法处理的铅标准比色溶液比较。

#### 4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸(GB 622)溶液: 1+1 溶液;

4.4.2.2 氨水(GB 631)溶液: 2+3 溶液;

4.4.2.3 冰乙酸(GB 676)溶液: 1+16 溶液;

4.4.2.4 铅标准溶液: 1mL 溶液含有 0.010mgPb。用移液管移取 10mL 按 GB 602 配制的溶液, 置于 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液只限当日使用。

4.4.2.5 酚酞(GB 10729)指示液: 10g/L;

4.4.2.6 饱和硫化氢水溶液: 使用前制备。

#### 4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 比色管:50mL。

#### 4.4.4 分析步骤

称取  $2.00 \pm 0.01\text{g}$  试样,置于 50mL 瓷坩埚中,加 3mL 盐酸溶液(4.4.2.1),于砂浴上蒸干,再加 3mL 盐酸溶液(4.4.2.1),在砂浴上蒸干,如此反复操作直至无碘的黄色形成为止。残渣加 10mL 水于水浴上加热溶解,全部转移至 50mL 比色管(4.4.3.1)中(必要时过滤),加 1 滴酚酞指示液(4.4.2.5),滴加氨水溶液(4.4.2.2)至溶液呈微红色为止,加入 2mL 乙酸溶液(4.4.2.3),加水至 40mL,加入 10mL 饱和硫化氢水溶液(4.4.2.6),摇匀,于暗处放置 10min,其颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 2.00mL 铅标准溶液(4.4.2.4)与试样同时同样处理。

#### 4.5 氯酸盐检验

##### 4.5.1 试剂和材料

4.5.1.1 硫酸(GB 625)。

##### 4.5.2 分析步骤

称取  $1.0 \pm 0.1\text{g}$  试样,放入白色瓷皿中,加入 2mL 硫酸(4.5.1.1),放置 10min,应无氯气味产生。

#### 4.6 酸溶试验

##### 4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 盐酸(GB 622)溶液:1+11 溶液。

##### 4.6.2 分析步骤

称取  $1.0 \pm 0.1\text{g}$  试样,置于 100mL 烧杯中,加 50mL 盐酸溶液(4.6.1.1),于水浴上加热溶解,此溶液应为无色至淡黄色的澄清液。

#### 4.7 细度的测定

##### 4.7.1 仪器、设备

4.7.1.1 试验筛(GB 6003):R40/3 系列  $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/180\mu\text{m}$ ,配有筛盖和筛底。

##### 4.7.3 分析结果的表述

通过试验筛的试料质量百分含量( $X_3$ )按式(3)计算:

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

式中:  $m_1$ ——筛下物的质量,g;

$m$ ——试料质量,g。

##### 4.7.4 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 0.5%。

## 5 检验规则

5.1 饲料添加剂碘酸钙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添加剂碘酸钙都符合本标准的要求。每批出厂的饲料添加剂碘酸钙都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、产品名称、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料添加剂碘酸钙产品进行验收。

5.3 每批产品不超过 1t。

5.4 按照 GB 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时,从每个选取的包装袋中,取出不少于 50g 的样品,将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约 500g,立即装入两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中密封。瓶上粘贴标签并注明生产厂名、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。

5.5 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核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.7 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 饲料添加剂磷酸钙产品包装上应有按 GB 10648 要求印刷的牢固清晰的标志。

6.2 饲料添加剂磷酸钙应使用内衬牛皮纸袋,外套聚乙烯塑料袋热塑封口包装,装于木箱或瓦楞纸箱内。

6.3 饲料添加剂磷酸钙产品在运输过程中应有遮盖物,防止日晒雨淋,注意避免与可使产品变质或使包装损坏的物品混运。

6.4 饲料添加剂磷酸钙产品应贮存在清洁、干燥的仓库内。不得与有毒、有害物质混放,防止有害物质污染,避免与可使产品变质或使包装损坏的物品混存。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院技术归口。

本标准由山东省化学研究所负责起草。

本标准主要起草人柳慧恩、张贵芹、吕瑞敏。

本标准参照采用《日本饲料安全法令要览》(89年版)中的磷酸钙标准。