

前 言

本标准是对化工行业标准 HG 2933—1987《饲料级 硫酸镁》进行文本转换而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2933—1987。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:苏培基。

本标准于 1988 年 5 月 1 日首次发布为国家标准 GB 8250—1987。1997 年调整为化工行业标准,编号为 HG 2933—1987。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2933—2000

饲料级 硫酸镁

代替 HG 2933 1987

Feed grade Magnesium sulphate

1 范围

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

本标准适用于饲料级硫酸镁。本品在饲料加工中作为镁的补充剂。

分子式： $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

相对分子质量：246.47（按 1997 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

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

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（neq ISO 3696:1987）

GB 10648—1999 饲料标签

3 要求

3.1 外观：无色结晶或白色粉末。

3.2 饲料级硫酸镁应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)含量, %	\geq 99.0
硫酸镁(以 Mg 计)含量, %	\geq 9.7
砷(As)含量, %	\leq 0.000 2
重金属(以 Pb 计)含量, %	\leq 0.001
氯化物(以 Cl 计)含量, %	\leq 0.014
澄清度试验	澄清
细度(通过 400 μ m 试验筛), %	\geq 95

国家石油和化学工业局 2000-06-05 批准

2001-03-01 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、试剂及制品,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:试验中所用盐酸为腐蚀品,操作时应小心!

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 氯化铵。

4.1.1.2 氨水溶液:2+3。

4.1.1.3 碳酸铵溶液:200g/L。

制备:称取 20g 碳酸铵,加 20mL 氨水,加水至 100 mL。

4.1.1.4 磷酸二氢钠溶液:50g/L。

4.1.1.5 氯化钡溶液:50g/L。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 将试样溶解于水,加氨水,即生成白色沉淀,滴加氯化铵溶液,沉淀溶解,再加磷酸二氢钠溶液,生成白色沉淀,此沉淀不溶解于氨水中。

4.1.2.2 将试样溶解于水,加氯化钡溶液,生成白色沉淀。

4.2 硫酸镁含量的测定

4.2.1 方法提要

将试样溶解于水,然后加入 pH 为 10 的氨-氯化铵缓冲溶液,以铬黑 T 为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氨水。

4.2.2.2 氯化铵。

4.2.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液:pH≈10。

4.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:c(EDTA)约为 0.05mol/L。

4.2.2.5 铬黑 T 指示剂:5g/L。

4.2.3 分析步骤

称取 1g 试样(精确至 0.000 2 g),用水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中。加 50 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液和 5 滴铬黑 T 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纯蓝色。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{Vc \times 0.2465}{m \times \frac{25}{100}} \times 100 = \frac{98.6Vc}{m} \dots\dots\dots (1)$$

以质量百分数表示的硫酸镁(以 Mg 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{Vc \times 0.02431}{m} \times 100 = \frac{2.431Vc}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:V——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积 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;

0.2465——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

的硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)的质量;

0.024 31——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的镁的质量。

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

在酸性介质中,金属锌将砷化物还原为砷化氢,砷化氢在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸。

4.3.2.2 碘化钾。

4.3.2.3 无砷金属锌。

4.3.2.4 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

4.3.2.5 乙酸铅棉花。

4.3.2.6 溴化汞试纸。

4.3.2.7 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg 砷。

按 GB/T 602 配制后稀释 100 倍,稀释液使用时配制。

4.3.3 仪器、设备

定砷器。

按 GB/T 610--1988 中图 1 装置。

4.3.4 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于广口瓶中,用 70 mL 水溶解,加 6 mL 盐酸,加 1 g 碘化钾、0.2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 10 min。加 2.5 g 无砷金属锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上,于 25~30℃ 的暗处放置 1~1.5h。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

4.4 重金属含量的测定

4.4.1 方法提要

在弱酸性介质中,试样中的重金属与硫化氢作用生成褐色硫化物的沉淀,与标准进行比较。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 抗坏血酸。

4.4.2.2 冰醋酸溶液:1+6。

4.4.2.3 饱和硫化氢水(现用现配)。

4.4.2.4 铅标准溶液:1 mL 含 0.01 mg 铅。

按 GB/T 602 配制后稀释 10 倍,稀释液使用时配制。

4.4.3 仪器、设备

比色管:50 mL(25 mL 处有刻度)。

4.4.4 分析步骤

称取 (0.50 ± 0.01) g 试样,置于比色管中,加 2mL 冰醋酸溶液,加 0.5 g 抗坏血酸,用水稀释至 25 mL,加 10 mL 饱和硫化氢水,摇匀,置于暗处 10 min,其颜色不得深于标准。

标准是移取 10 mL 铅标准溶液,置于比色管中,与试样同时同样处理。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

在酸性介质中,氯离子与硝酸银反应生成白色浑浊,与标准进行比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 硝酸。

4.5.2.2 石蕊试纸。

4.5.2.3 硝酸溶液:1+15。

4.5.2.4 硝酸银溶液:20 g/L。

4.5.2.5 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.1 mg 氯。

4.5.3 仪器、设备

比色管:50mL。

4.5.4 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样,置于比色管中,加水溶解使之成 25 mL(如显碱性可滴加硝酸溶液使石蕊试纸显中性反应),再加硝酸溶液 10 mL,溶液如不澄清,过滤,置于比色管中,加水使之约成 40 mL,加硝酸银 1 mL,加水至 50 mL,摇匀,置于暗处 5 min,与标准氯化物溶液相比较,其浊度不得深于标准。

标准是移取 1.4 mL 氯化物标准溶液,置于比色管中,与试样同时同样处理。

4.6 澄清度试验

称取(5.0±0.1)g 试样,加 20 mL 水溶解,溶液应清澈透明,无白色浑浊。

4.7 细度测定

4.7.1 仪器、设备

试验筛:符合 GB/T 6003.1 R40/3 系列。φ200 mm×500 mm/400μm。

4.7.2 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g),置于试验筛中进行筛分,将筛下物称量(精确至 0.1 g)。

4.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的细度(X_3)按式(3)计算:

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

式中: m_1 ——试验筛下物的质量, g;

m ——试样的质量, 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 1%。

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 饲料级硫酸镁每批产品不超过 5t。

5.3 按 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至料层深度的四分之三处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,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、保存期、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 饲料级硫酸镁应由生产厂的质量监督检验部门按照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镁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硫酸镁进行验收,验收时间在货到一个月内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,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。

6 标志、标签

6.1 饲料级硫酸镁每袋上应有牢固清晰的标志，由生产厂家、厂址、生产日期、商标、净含量

“饲料级”字样、净含量、批号或生产日期及本标准编号。

6.2 每批出厂的饲料级硫酸镁都应附有按 GB 10648 要求印刷的牢固清晰的标志。

7 包装、运输、贮存

7.1 饲料级硫酸镁内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不得小于 0.05 mm。外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg。

内袋采用尼龙绳两次扎紧，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。

7.2 饲料级硫酸镁在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮，小心轻放，禁止与有毒物品混运。

7.3 饲料级硫酸镁应贮存在阴凉干燥处，避免露天存放，禁止与有毒物品混放。

产品在符合本标准包装、运输和贮存的条件下，自生产之日起保存期为六个月。逾期应重新检验是否符合本标准的要求。