

前 言

本标准是非等效采用日本饲料添加物安全法令要览(1995年版)《硫酸铜》(以下简称《要览》)产品规格对化工行业标准 HG 2932—1987《饲料级 硫酸铜》修订而成。

本标准与《要览》的主要差异为:

- 本标准的砷指标为不大于 0.000 4%,《要览》为不大于 0.000 5%。
- 根据用户要求增设了水不溶物和细度指标。
- 试验方法中五水硫酸铜含量的测定等效采用《要览》规定的方法;铅含量的测定采用双硫脲-三

氛乙酸法测定,与《要览》中规定的砷、铅含量测定方法不同,且与《要览》中规定的砷、铅含量测定方法不同。

代替苯,还原剂使用盐酸羟胺代替亚硫酸钠;其他项目的测定方法均采用我国有关标准。

本标准与 HG 2932—1987 的主要技术差异为:

- 砷含量指标由 0.000 5%降至 0.000 4%,提高了标准水平。
- 取消重金属指标,以铅含量指标代替,与日本标准一致,并增加了相应的试验方法。
- 砷、铅含量的测定方法作了较大的改进。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2932—1987。

本标准由原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2932—1999

饲料级 硫酸铜

代替 HG 2932—1987

Feed grade—Cupric sulphate

1 范围

本标准规定了饲料级硫酸铜的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于饲料级硫酸铜,该产品经预处理后在饲料中作为铜的补充剂。

分子式: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 249.68(按 1995 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 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003—1985 试验筛

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 16602—1999 化工产品包装用瓦楞纸箱试验方法(ISO 2600:1997)

GB 10648—1993 饲料标签

3 要求

3.1 外观:浅蓝色结晶颗粒。

3.2 饲料级硫酸铜应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标
硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)含量	\geq 98.5

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。

4.1 鉴别试验

4.1.1 铜离子的鉴别

称取 0.5 g 试样,加 20 mL 水溶解。取 10 mL 此溶液,加 0.5 mL 新配制的 100 g/L 亚铁氰化钾溶液,振摇,生成红棕色沉淀,此沉淀不溶于稀酸。

4.1.2 硫酸铜含量的鉴别

取上述 5 mL 试验溶液,置于白色瓷板上,加 50 g/L 氯化钡溶液,即有白色沉淀生成,在盐酸和硝酸中不溶。

4.2 硫酸铜含量的测定

4.2.1 方法提要

试样用水溶解,在微酸性条件下,加入适量的碘化钾与二价铜作用,析出等当量碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。从消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,计算试样中硫酸铜含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 碘化钾。

4.2.2.2 冰乙酸。

4.2.2.3 淀粉指示液:5 g/L。

4.2.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为 0.1 mol/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 碘量瓶中,加入 100 mL 水溶解,加入 4 mL 冰乙酸,加 2 g 碘化钾,摇匀后,于暗处放置 10 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,直至溶液呈现淡黄色,加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失,即为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{cV \times 0.2497}{m} \times 100 = \frac{24.97Vc}{m} \quad (1)$$

以质量百分数表示的硫酸铜(以 Cu 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{cV \times 0.06355}{m} \times 100 = \frac{6.355Vc}{m} \quad (2)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.2497——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的五水硫酸铜的质量;

0.06355——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的铜的质量。

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 水不溶物含量的测定

4.3.1 方法提要

将试样溶于水后,经过滤、洗涤、干燥、称量。

4.3.2 试剂和材料

氨水溶液:1+1。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 玻璃砂坩埚:孔径5~15 μm。

4.3.3.2 电烘箱:温度能控制在105~110℃。

4.3.4 分析步骤

称取约10 g试样(精确至0.000 2 g),置于400 mL烧杯中,加200 mL水至试样溶解,用预先在105~110℃下烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤滤渣至洗液无色,并以氨水检查无铜离子反应时为止。将玻璃砂坩埚置于烘箱内在105~110℃下烘干至质量恒定,取出置于干燥器中冷却后称量。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

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

式中: m_1 ——干燥后残渣的质量,g;

m ——试样的质量,g。

4.3.6 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0.05%。

4.4 砷含量的测定

4.4.1 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,与标准砷斑进行比较。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸。

4.4.2.2 乙酸。

4.4.2.3 L-抗坏血酸。

4.4.2.4 无砷金属锌。

4.4.2.5 碘化钾。

4.4.2.6 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.4.2.7 砷标准溶液:1 mL溶液含有0.001 mg砷,临用时配制。

配制:用移液管移取10 mL按GB/T 602配制的砷标准溶液,置于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.8 乙酸铅棉花。

4.4.2.9 溴化汞试纸。

4.4.3 仪器、设备

定砷器。

4.4.4 分析步骤

称取(0.25±0.01)g试样,置于100 mL烧杯中,加5 mL水溶解,加2 mL乙酸及1.5 g碘化钾,盖上表面皿,放置5 min后。加0.2 g L-抗坏血酸使之溶解,作为检测液。将检测液置于定砷器的广口瓶中,用水稀释至40 mL,加6 mL盐酸,摇匀。加1 g碘化钾,滴加氯化亚锡溶液至溶液无色,摇匀,放置10 min。加2.5 g无砷锌,立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管。置于暗处在25~30℃

放置 1~1.5h, 溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1.0 mL 砷标准溶液, 用水稀释至 40 mL, 加 6 mL 盐酸, 与试液同时同样处理。

4.5 铅含量的测定

4.5.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

4.5.1.1 方法提要

在稀硝酸介质中, 于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处, 使用空气-乙炔火焰, 采用标准加入法测定。

4.5.1.2 试剂和材料

4.5.1.2.1 硝酸溶液: 1+1。

4.5.1.2.2 铅标准溶液: 1 mL 含 0.01 mg 铅, 临用时配制。

配制: 用移液管移取 10 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。

4.5.1.3 仪器、设备

4.5.1.3.1 原子吸收分光光度计。

4.5.1.3.2 铅空心阴极灯。

4.5.1.4 仪器工作条件

4.5.1.4.1 波长: 283.3 nm。

4.5.1.4.2 火焰: 空气-乙炔。

4.5.1.5 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g), 加入 50 mL 水和 5 mL 硝酸溶液, 使试样溶解。移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中, 再用移液管分别加入 0、1、2、3 mL 铅标准溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。将仪器调整至最佳条件, 用水调零, 测量吸光度。

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含量。

4.5.1.6 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。

4.5.1.7 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 0.000 3%。

4.5.2 双硫脲比色法

安全提示: 本试验使用的氰化钠(或氰化钾)药品为剧毒品, 操作时需小心, 备好安全用具, 避免接触或吸入体内。含氰废液的处理见附录 A。

4.5.2.1 方法提要

试样用水溶解后, 加入柠檬酸铵、氰化钾和盐酸羟胺, 消除铁、铜、锌等离子干扰, 在 pH=10 时, 铅离子与双硫脲生成红色络合物, 用三氯甲烷将金属铅从样品溶液中萃取出来, 与标准比色溶液进行比色。

4.5.2.2 试剂和材料

4.5.2.2.1 盐酸羟胺。

- 4.5.2.2.2 柠檬酸铵溶液:400 g/L。
 4.5.2.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH=10)。
 4.5.2.2.4 氰化钠(或氰化钾)溶液:200 g/L。
 4.5.2.2.5 双硫脲-三氯甲烷溶液:0.02 g/L(保存冰箱中)。
 4.5.2.2.6 铅标准溶液:1 mL含0.01 mg铅,临用时配制。

配制:用移液管移取10 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。

4.5.2.3 分析步骤

称取(0.5±0.01)g试样,置于50 mL比色管中,加约10 mL水溶解,加5 mL柠檬酸铵、5 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH=10),滴加氰化钠(或氰化钾)溶液至溶液无色,再过量5滴,加0.5 g盐酸羟胺,摇匀,加5 mL双硫脲-三氯甲烷,震荡1 min后,视萃取层红色与标准比色溶液进行比色,红色愈深,铅含量愈高。

标准比色溶液是用移液管移取0.5 mL铅标准溶液,与试样同时同样处理。

4.6 细度的测定

4.6.1 方法提要

用筛分法测定筛下物含量。

4.6.2 仪器、设备

试验筛:符合GB/T 6003 R40/3系列的要求,φ200 mm×500 mm/800 μm。

4.6.3 分析步骤

称取50 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(称准至0.1 g)。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的细度(X_s)按式(5)计算:

$$X_s(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——筛下物的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.6.5 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0.1%。

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 每批产品不超过5 t。

5.3 按照GB/T 6678—1986中6.6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四分之三处采样,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。

5.4 饲料级硫酸铜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铜都符合本标准的要求。每批出厂的饲料级硫酸铜都应附有质量证明书,内容同GB 10648的规定。

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

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 饲料级硫酸铜包装袋上应有牢固清晰的标志,内容同 GB 10648 的规定。

6.2 饲料级硫酸铜采用双层包装。内包装采用二层食品级聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.06 mm。外包装采用聚丙烯塑料编织袋。该产品每袋净含量为 25 kg,或按用户要求包装。

6.3 饲料级硫酸铜的包装,内袋用维尼龙线或其质量相当的线人工扎口,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。

6.4 饲料级硫酸铜在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,不得与有毒有害物品混运。

6.5 饲料级硫酸铜应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混贮。

附录 A
(标准的附录)
含氰废液的处理

为了防止含氰废液的污染,每天分析后含氰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 分析步骤

将废液收集于 500 mL 烧杯中,加入 200 g/L 的硫酸亚铁溶液 50 mL,搅拌,充分反应后排放。
上述所用药剂均为工业级。
