

前 言

本标准是非等效采用美国药典(USP XXII)对化工行业标准 HG 2937—1987(1997)《饲料级 亚硒酸钠》修订而成。

本标准与美国药典的主要技术差异如下:

——美国药典规定了亚硒酸钠含量、溶解度、碳酸盐、氯化物、硝酸盐、硒酸盐及硫酸盐含量六项指标;考虑到本标准是饲料级,因此只设置了亚硒酸钠含量、溶解试验、硒酸盐及硫酸盐含量三项指标,并增设了干燥减量指标。

——美国药典中亚硒酸钠含量的测定方法较复杂,本次修订采用间接碘量法进行测定。

本标准与 HG 2937—1987(1997)的主要技术差异如下:

——原标准中硒酸盐及硫酸盐指标规定为合格;本标准根据美国药典的规定将其指标规定为不大于 0.03%。

——亚硒酸钠含量测定根据中国兽药典(1990 年版)的规定,将二硫化碳改为三氯甲烷。

——硒酸盐及硫酸盐含量的测定采用美国药典中规定的方法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2937—1987(1997)。

本标准由原化学工业部技术监督司提出。

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:化工部天津化工研究院、天津市兽药二厂。

本标准主要起草人:郭凤欣、高占友、马玲、姚锦娟。

本标准于 1987 年首次发布,1992 年调整为强制性化工行业标准,1997 年编号为 HG 2937—1987(1997)。

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 2937—1999

饲料级 亚硒酸钠

代替 HG 2937—1987(1997)

Feed grade Sodium selenite

1 范围

本标准规定了饲料级亚硒酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于氢氧化钠与亚硒酸反应生成的饲料级亚硒酸钠。该产品在饲料加工中主要用作硒的预混合料的原料。

分子式： Na_2SeO_3

相对分子质量：172.94(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 190—1990 危险货物包装标志

- 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 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—1993 饲料标签
GB/T 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 要求

3.1 外观：无色结晶粉末。

3.2 饲料级亚硒酸钠应符合表1要求。

表1 要求

项 目		指 标
亚硒酸钠(Na_2SeO_3)含量(以干基计),%	\geq	98.0
亚硒酸钠(以Se计)含量(以干基计),%	\geq	44.7
干燥减量, %	\leq	1.0
溶解试验		全溶, 清澈透明
硒酸盐及硫酸盐含量, %	\leq	0.03

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:本标准所用强酸、强碱具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免溅到皮肤上。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和材料

- 4.1.1.1 乙二胺四乙酸二钠溶液:150g/L。
- 4.1.1.2 甲酸溶液:1+9。
- 4.1.1.3 盐酸溶液:1+1。
- 4.1.1.4 硒试剂(盐酸-3,3-二氨基联苯胺)溶液:5g/L。

4.1.2 仪器、设备

铂丝。

4.1.3 鉴别方法

4.1.3.1 亚硒酸根离子的鉴别

取少许试样,加入 5mL 水溶解,加 5 滴乙二胺四乙酸二钠溶液、5 滴甲酸溶液。用盐酸溶液调节溶液 pH 值至 2~3(用 pH 试纸检验),加 5 滴硒试剂溶液,振摇,放置 10min,即产生黄色沉淀。

4.1.3.2 钠离子的鉴别

用铂丝蘸取盐酸溶液,在无色火焰中燃烧至无色。蘸取试样,在火焰上燃烧,火焰呈黄色。

4.2 亚硒酸钠含量的测定

4.2.1 方法概要

在强酸性介质中,亚硒酸钠与碘化钾发生氧化-还原反应产生游离碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定产生的游离碘,以淀粉为指示剂,根据颜色变化判断反应终点。

4.2.2 试剂和材料

- 4.2.2.1 碘化钾。
- 4.2.2.2 三氯甲烷。
- 4.2.2.3 盐酸溶液:1+1。
- 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 0.1mol/L。
- 4.2.2.5 淀粉指示液:10g/L(使用期为两周)。

4.2.3 分析步骤

称取约 0.1g,预先在 105~110°C 下烘干至质量恒定的试样(精确至 0.000 2g),置于 250mL 碘量瓶中,加 100mL 水使其溶解,加入 2g 碘化钾、10mL 三氯甲烷和 5mL 盐酸溶液,摇匀,在暗处放置 5min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时(溶液由棕红色变为淡黄色)加 2mL 淀粉指示剂,强力振摇 1min,继续滴定至水层蓝色消失。

同时作空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硒酸钠(Na_2SeO_3)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.043\ 23}{m} \times 100 = \frac{4.323(V_1 - V_2)c}{m} \dots\dots\dots (1)$$

以质量百分数表示的亚硒酸钠(以 Se 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.019\ 74}{m} \times 100 = \frac{1.974(V_1 - V_2)c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;
 V_1 —— 滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;
 V_2 —— 滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量(干基),g;

0.043 23——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的亚硒酸钠的质量;

0.019 74——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硒的质量。

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以 Na_2SeO_3 计不大于 0.3%。

4.3 干燥减量的测定

4.3.1 仪器、设备

4.3.1.1 称量瓶: $\phi 40\text{mm} \times 25\text{mm}$ 。

4.3.1.2 电热恒温干燥箱: 可控制温度 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 。

4.3.2 分析步骤

称取约 1g 试样(精确至 0.000 2g), 置于已于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中, 置于电热恒温干燥箱中, 在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥减量(X_3)按式(3)计算:

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

式中: m_1 ——干燥前称量瓶和试样质量,g;

m_2 ——干燥后称量瓶和试样质量,g;

m ——试样质量,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 0.1%。

4.4 溶解试验

称取 1g 试样(精确至 0.01g), 置于试管中, 加入 10mL 水溶解。试样应全部溶解, 溶液应清澈透明。

4.5 硒酸盐及硫酸盐含量的测定

4.5.1 方法提要

在试样中加入碳酸钠和盐酸, 反复蒸干后, 用稀酸溶解残渣, 加入氯化钡溶液, 与标准比浊液进行比浊。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 碳酸钠。

4.5.2.2 盐酸。

4.5.2.3 盐酸溶液: 1+10。

4.5.2.4 氨水溶液: 1+1。

4.5.2.5 氯化钡溶液: 100g/L。

4.5.2.6 硫酸盐标准溶液: 1mL 溶液含有 0.1mg 硫酸根。

4.5.2.7 石蕊试纸(红)。

4.5.3 仪器、设备

瓷蒸发皿: 50mL。

4.5.4 分析步骤

称取 $(0.50 \pm 0.01)\text{g}$ 试样, 置于瓷蒸发皿中, 加入 0.02g 碳酸钠和 10mL 盐酸, 在通风橱中于蒸气浴上缓慢蒸发溶液至干。用 5mL 盐酸冲洗瓷蒸发皿的四周, 并再一次蒸发至干。用 15mL 热水和 1mL 盐酸组成的混合溶液解残渣, 将溶液转移至 50mL 比色管中, 加氨水溶液中和, 至红色石蕊试纸变蓝。加

1mL 盐酸溶液、2mL 氯化钡溶液，加水至刻度，摇匀，放置 10min 后比浊。其浊度不得深于标准比浊溶液产生的浊度。

标准比浊溶液是用移液管移取 1.5mL 硫酸盐标准溶液，置于 50mL 比色管中，加 1mL 盐酸溶液、2mL 氯化钡溶液，加水至刻度，摇匀。

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 1t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装容器口斜插至料层溶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 500g，分装于两个清洁干燥具塞的广口瓶中，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 饲料级亚硒酸钠应由生产厂的质量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亚硒酸钠都符合本标准的要求。

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重新采样复验。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、标签

6.1 饲料级亚硒酸钠包装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、净含量、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和按 GB 190 中规定的“剧毒品”标志。

6.2 每批出厂的饲料级亚硒酸钠都应附有按 GB 10648 要求印刷的牢固清晰的标签。

7 包装、运输、贮存

7.1 饲料级亚硒酸钠采用两种包装方式。

7.1.1 硬纸板桶包装：内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不得小于 0.1mm；外包装采用硬纸板桶，其桶身边缘用钢带加固，桶顶、盖、底板厚度不小于 8mm。每桶净含量 25kg。

7.1.2 塑料瓶包装：采用塑料瓶包装，其壁厚最薄处不得小于 0.5mm，每瓶净含量 1kg。将一定数量的塑料瓶装入纸箱，其性能和检验方法应符合 GB/T 15346 中的有关规定。

7.2 饲料级亚硒酸钠采用硬纸板桶包装时，包装内袋采用尼龙绳两次扎紧，或用与其相当的其他方式封口；外桶用钢带箍圈将桶身与桶盖扣紧，插销插牢。采用塑料瓶包装时，内外盖要盖严、压严、拧紧。

7.3 饲料级亚硒酸钠应贮存于阴凉、干燥的地方，严禁与其他物品混贮。

7.4 饲料级亚硒酸钠在运输中严禁包装破损、倒置，防止日晒、雨淋。严禁与其他物品混运。

8 安全

8.1 本品剧毒，必须经过预混、稀释后按有关规定添加到饲料中，并按剧毒品管理办法销售和使用。

8.2 使用本品时，应穿戴好工作服、手套和口罩，避免本品与皮肤直接接触和吸入人体。