

前 言

本标准是非等效采用《日本饲料安全法令要览》(1995年版)中的“硫酸亚铁”,对化工行业标准 HG 2935—1987《饲料级 硫酸亚铁》进行修订而成。

本标准与《日本饲料安全法令要览》(1995年版)“硫酸亚铁”的主要差异如下:

——本标准除规定了一水硫酸亚铁外,同时规定了七水硫酸亚铁的技术要求。

——取消了干燥减量,并在一水产品中规定了细度的要求。

——硫酸亚铁含量的测定改为重铬酸钾法进行测定。

本标准与 HG 2935—1987 的技术差异如下:

——原标准中只规定了七水硫酸亚铁的指标,而目前国内用于饲料中的硫酸亚铁大多为一水硫酸亚铁。因此,本标准根据产品实际使用情况,在原标准的基础上增加一水硫酸亚铁的要求。

——取消七水硫酸亚铁的细度。

——硫酸亚铁含量测定采用重铬酸钾法,并对试样的溶解进行了改进。

——砷含量测定采用二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法。

——铅(Pb)含量的测定方法采用《日本饲料安全法令要览》中规定的方法,同时增加原子吸收法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2935—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:天津化工研究设计院、湖南望城饲料添加剂厂、山东安丘市化工剂料厂。

本标准主要起草人:陆思伟、戴德恒、黄妮妮、王和平、孟繁玉。

本标准于 1987 年首次发布为国家标准 GB 8252—1987。1997 年调整为化工行业标准,编号改为 HG 2935—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 2935—2000

饲料级 硫酸亚铁

代替 HG 2935—1987

Feed grade—Ferrous sulfate

1 范围

本标准规定了饲料级硫酸亚铁的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于一水或七水的饲料级硫酸亚铁。该产品在饲料加工中作为铁的补充剂。

分子式： $\text{FeSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $n=1$ 或 7

相对分子质量：169.93($n=1$), 278.01($n=7$) (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

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 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 分类

饲料级硫酸亚铁分为一水硫酸亚铁和七水硫酸亚铁两类。

4 要求

4.1 外观:一水硫酸亚铁为灰白色粉末;七水硫酸亚铁为蓝绿色结晶。

4.2 饲料级硫酸亚铁应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标	
	一水硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	七水硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
硫酸亚铁含量 \geq	91.0	98.0
铁(Fe)含量 \geq	30.0	19.7
铅(Pb)含量 \leq	0.002	0.002
砷(As)含量 \leq	0.000 2	0.000 2
细度(通过 180 μm 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

5 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 规定制备。

安全提示:本标准所用强酸、强碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作;如溅到皮肤上,立即用大量水冲洗,严重者立即治疗。

5.1 鉴别试验

5.1.1 试剂和材料

5.1.1.1 铁氰化钾溶液:100g/L。

5.1.1.2 氯化钡溶液:50g/L。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 硫酸根离子的鉴别

取少许试样,加水溶解,滴加氯化钡溶液,生成白色沉淀。此沉淀不溶于盐酸及硝酸。

5.1.2.2 亚铁离子的鉴别

取少许试样,加水溶解,滴加铁氰化钾溶液,生成深蓝色沉淀。

5.2 硫酸亚铁含量和铁含量的测定

5.2.1 方法提要

试样溶解后,加入硫磷混酸,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定,测定硫酸亚铁含量和铁含量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 碳酸氢钠。

5.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.3 硫磷混酸:在 700mL 水中加入 150mL 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)、150mL 磷酸($\rho=1.70\text{g/mL}$),混匀。

5.2.2.4 饱和碳酸氢钠溶液。

5.2.2.5 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 约为 0.1mol/L。

5.2.2.6 二苯胺磺酸钠指示液:5g/L。

5.2.3 分析步骤

称取约 0.15g 试样(精确至 0.000 2g),置于 250mL 碘量瓶中,加 10mL 盐酸溶液,加入 5g 碳酸氢钠迅速用带有导管的橡胶塞盖上瓶口,在电炉上慢慢加热至试样完全溶解,取下,将导管另一端迅速插入饱和碳酸氢钠溶液中,待冷却至室温后,取下橡胶塞,加 10mL 硫磷混酸、2 滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈紫色为终点。

同时作空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的一水硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{(V_1 - V_0)c \times 0.1699}{m} \times 100 = \frac{16.99(V_1 - V_0)c}{m} \dots\dots\dots (1)$$

以质量百分数表示的七水硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{(V_1 - V_0)c \times 0.2780}{m} \times 100 = \frac{27.80(V_1 - V_0)c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3(\%) = \frac{(V_1 - V_0)c \times 0.05585}{m} \times 100 = \frac{5.585(V_1 - V_0)c}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中： c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_0 ——滴定空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

V_1 ——滴定试验溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试样的质量，g；

0.169 9——与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的一水硫酸亚铁的质量；

0.278 0——与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的七水硫酸亚铁的质量；

0.055 85——与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的铁的质量。

5.2.5 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：硫酸亚铁不大于 0.3%，铁含量不大于 0.1%。

5.3 砷含量的测定

5.3.1 方法提要

试样经处理后，用碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷，然后由与金属锌和酸反应生成的新生态氢作用生成砷化氢，经银盐溶液吸收后，形成红色络合物，用分光光度计在波长 522nm 处测其吸光度。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 无砷锌粒。

5.3.2.2 硫酸溶液：1+1。

5.3.2.3 酒石酸溶液：500g/L。

5.3.2.4 碘化钾溶液：150g/L。

5.3.2.5 氯化亚锡溶液：400g/L。

5.3.2.6 乙酸铅棉花。

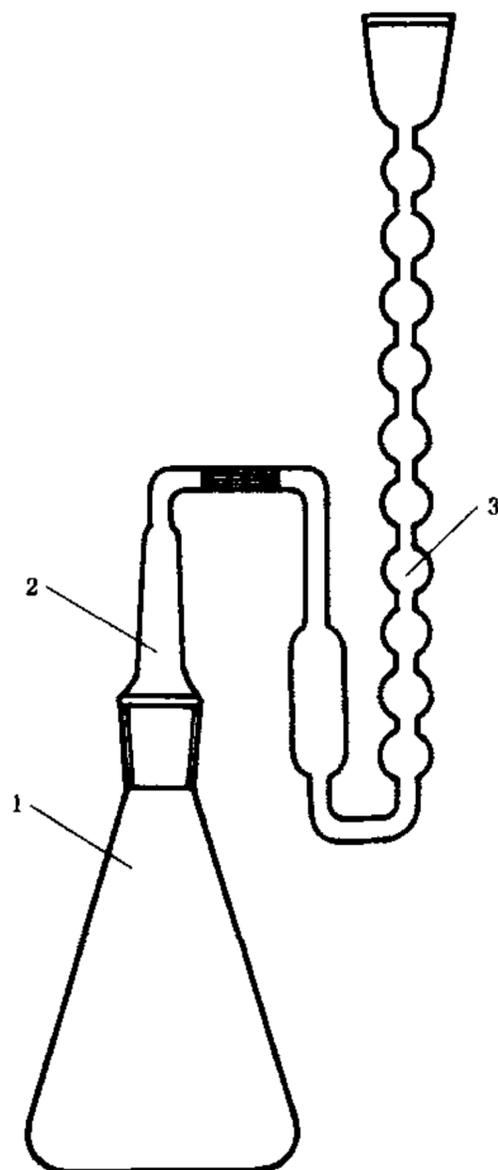
5.3.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺-三氯甲烷吸收液。

5.3.2.8 砷标准溶液：1mL 溶液含有 0.001mg 砷。

配制：用移液管移取 10mL 按 GB/T 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（此溶液用时配制）。

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 砷发生装置（见图 1）。



1—砷发生瓶；2—连接管；3—15球吸收管

图1 砷发生装置

5.3.3.2 分光光度计：带有 1cm 比色皿。

5.3.4 工作曲线的绘制

用移液管移取砷标准溶液 0.00、2.00mL、5.00mL、6.00mL、8.00mL、10.0mL，分别置于砷发生装置中的锥形瓶中，加 10mL 硫酸溶液，加水至约 40mL。加 2mL 碘化钾溶液、1mL 氯化亚锡溶液，摇匀，放置 15min。安装好装置的各部分，取 5mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺-三氯甲烷吸收液加入吸收管中，加入 3g 无砷锌粒于锥形瓶中，迅速安装吸收管。在常温下反应 45min，取下吸收管，补充吸收液至 5mL，混匀。用 1cm 比色皿，以试剂空白为参比，在波长 522nm 处测量吸光度。以砷含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.3.5 测定

称取约 2g 试样(精确至 0.01g)，置于 100mL 烧杯中，加 10mL 硫酸溶液，加热使试样完全溶解。冷却后转移至砷发生装置中的锥形瓶中，加 5mL 酒石酸溶液，加水至约 40mL，以下按绘制工作曲线的步骤，从“……加 2mL 碘化钾溶液，加 1mL 氯化亚锡溶液，摇匀，……”开始操作，至“……测量吸光度”。从工作曲线上查出相应的砷含量。

5.3.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的砷(As)含量(X_4)按式(4)计算：

$$X_4(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查出的砷含量，mg；

m ——试样质量，g。

5.3.7 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 05%。

5.4 铅含量的测定

5.4.1 原子吸收光谱法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

用酸溶解试样,在 283.3nm 下,以空气-乙炔火焰测定。

5.4.1.2 试剂和材料

a) 盐酸溶液:1+1。

b) 铅标准溶液:1mL 溶液含 0.01mg 铅。

配制:用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

5.4.1.4 分析步骤

5.4.1.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100mL 容量瓶,分别取 0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL、5.00mL 铅标准工作溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 283.3nm 下,用蒸馏水调零,测定上述溶液的吸光度。

以加入标准溶液中铅的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.1.4.2 测定

称取约 0.3g 试样(精确至 0.01g),置于 100mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 5mL 盐酸溶液,置于电炉上加热使试样完全溶解,冷却后转入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(如有沉淀物,导入原子吸收分光光度计前应干过滤)。

同时做空白试验。

在原子吸收分光光度计上与工作曲线同样的条件测出吸光度,在工作曲线上查出相应的铅的质量。

5.4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)含量(X_s)按式(5)计算:

$$X_s(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——工作曲线上查得的试样中铅的质量,mg;

m_0 ——工作曲线上查得的空白试验的铅的质量,mg;

m ——试样的质量,g。

5.4.1.6 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 4%。

5.4.2 萃取比色法

5.4.2.1 方法提要

试样经处理后,以乙醚萃取样品中的干扰物,水相中加入硫化物与试样中的铅生成棕色沉淀,与标准比对溶液比较,判断铅含量是否在限定之内。

5.4.2.2 试剂和溶液

a) 乙醚。

b) 盐酸羟胺。

c) 氨水。

d) 王水:70mL 盐酸+30mL 硝酸。

e) 盐酸溶液:1+1。

f) 乙酸溶液:1+19。

g) 硫酸钠-丙三醇溶液。

配制:称取 5g 硫化钠,置于 100mL 烧杯中,加 30mL 丙三醇及 10mL 水的混合液,溶解后移至棕色瓶中,避光密闭保存,有效期三个月。

h) 铅标准溶液:1mL 溶液含 0.010mg 铅。

配制:用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

i) 酚酞指示液:10g/L。

5.4.2.3 分析步骤

称取(0.50±0.01)g 试样,置于瓷蒸发皿中,加 3mL 王水,在水浴上蒸发至干固。将残留物加 5mL 盐酸溶液溶解,移至 150mL 分液漏斗中,瓷蒸发皿每次用 5mL 盐酸溶液洗涤两次,将洗液合并到分液漏斗中;每次用 40mL 乙醚萃取两次,然后再加 20mL 乙醚,振摇 1min。静置分层后,将水层移入 50mL 比色管中,加 0.05g 盐酸羟胺,溶解。在水浴上加热 10min 后,加 1 滴酚酞指示液,用氨水滴至溶液呈红色为止。冷却后滴加盐酸溶液至溶液几乎为无色,加 2mL 乙酸溶液,用水稀释至约 50mL,加 2 滴硫化钠-丙三醇溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5min,与标准比色液进行比较,所呈颜色不得深于标准比色液。

标准比色液是用移液管移取 1.0mL(一水硫酸亚铁)、2.0mL(七水硫酸亚铁)铅标准溶液与试样同时同样处理。

5.5 粒度的测定

5.5.1 方法提要

试样经试验筛的筛分,根据通过试验筛试样的质量确定产品粒度。

5.5.2 仪器、设备

试验筛:R40/3 系列。 $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/180\mu\text{m}$ 或 $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/800\mu\text{m}$ 。

5.5.3 分析步骤

称取约 100g 试样(精确至 0.01g),置于试验筛上(一水硫酸亚铁使用 180 μm 试验筛,七水硫酸亚铁使用 800 μm 试验筛),安装好试验筛底盘。按水平方向以 2 次/s 的速度摇动,直至无试样通过试验筛为止,将通过试验筛的试样移至已知质量的干燥的表面皿中,称量。

5.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的细度(X_6)按式(6)计算:

$$X_6(\%) = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_1 ——通过试验筛的试样及表面皿的质量, g;

m_0 ——表面皿的质量, g;

m ——试样的质量, g。

5.5.5 允许差

取两次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%。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 每批产品不超过 20t。

6.3 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

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 500g,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。

6.4 饲料级硫酸亚铁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硫酸亚铁都符合本标准的要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的饲料级硫酸亚铁产品进行验收,验收时间在货到一个月内进行。

6.6 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。复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7 标志、标签

7.1 饲料级硫酸亚铁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、“饲料级”字样、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。

7.2 每批出厂的饲料级硫酸亚铁都应附有印刷的牢固清晰的标签,标签内容应符合 GB 10648 要求。

8 包装、运输、贮存

8.1 饲料级硫酸亚铁采用双层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋;外包装采用聚丙烯塑料编织袋。每袋净含量 25kg 或 50kg。如用户对包装有特殊要求时,可由供需双方协商解决。

8.2 饲料级硫酸亚铁的包装,薄膜袋用维尼龙绳或与其质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30mm 处折边,在距袋边不小于 15mm 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。

8.3 饲料级硫酸亚铁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。防止污染。

8.4 饲料级硫酸亚铁应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。防止污染。