

前 言

本标准是对化工行业标准 HG 2940—1987(1997)《饲料级 轻质碳酸钙》修订而成的。

本标准修订时参考了《日本食品添加物公定书》。

本标准与 HG 2940—1987(1997)比较,钡含量指标进行了调整。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2940—1987(1997)。

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、浙江菱化集团有限公司、四川都江堰钙品股份有限公司。

本标准主要起草人:姚锦娟、时洁、孙晓东、王良金。

本标准于 1987 年首次发布为国家标准 GB 8257—1987。1997 年调整为化工行业标准,编号为 HG 2940—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 2940—2000

饲料级 轻质碳酸钙

代替 HG 2940—1987(1997)

Feed grade—Light calcium carbonate

1 范围

本标准规定了饲料级轻质碳酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于碳化法制得的轻质碳酸钙,在饲料加工中作钙的补充剂。

分子式:CaCO₃

相对分子质量:100.09(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 191—1990 包装储运图示标志

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 要求

3.1 外观:白色粉末。

3.2 饲料级轻质碳酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标
碳酸钙(CaCO ₃)含量(以干基计)	≥ 98.0
钙(Ca)含量(以干基计)	≥ 39.2
水分含量	≤ 1.0
盐酸不溶物含量	≤ 0.2
重金属(以 Pb 计)含量	≤ 0.003
砷(As)含量	≤ 0.0002
钡盐(以 Ba 计)含量	≤ 0.030

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、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;万一溅到皮肤上,立即用大量水冲洗,严重者立即治疗。

4.1 鉴别试验

4.1.1 碳酸根离子的鉴别

取试样少许,加(1+2)盐酸溶液后即产生二氧化碳气,并将生成的二氧化碳气通入 3g/L 氢氧化钙溶液中,即产生白色沉淀。

4.1.2 钙离子的鉴别

取上述试液,加酚酞指示液,用(1+3)氨水调至中性,加入 35g/L 草酸铵溶液,即产生白色沉淀。此沉淀能在盐酸溶液中溶解,而在冰醋酸中不溶解。

取铂丝,用盐酸润湿后在无色火焰中燃烧至无色,蘸取试样再烧,火焰即呈砖红色。

4.2 碳酸钙含量和钙含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH 值大于 12 的介质中,用三乙醇胺掩蔽少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子,以钙试剂羧酸钠盐指示剂指示终点,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定 Ca^{2+} ,过量的乙二胺四乙酸二钠夺取与指示剂络合的 Ca^{2+} ,游离出指示剂,根据颜色变化判断反应的终点。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.2.2.2 氢氧化钠溶液:100g/L。

4.2.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

4.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.02mol/L。

4.2.2.5 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

称取 10g 于 105~110℃烘干 2h 的氯化钠,置于研钵内研细,加入 0.1g 钙试剂羧酸钠盐,研细,混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。

4.2.3 分析步骤

称取 0.6g 预先在 105~110℃干燥至恒重的试样(精确至 0.000 2g),置于 250mL 烧杯中,加少许水润湿,盖上表面皿,滴加盐酸溶液至试样全部溶解,全部移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25mL 试验溶液,置于锥形瓶中,加入 5mL 三乙醇胺溶液、25mL 水和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂,用氢氧化钠溶液调成酒红色,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钙(CaCO_3)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{cV \times 0.1001}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{cV \times 100.1}{m} \quad (1)$$

以质量百分数表示的钙(Ca)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{cV \times 0.04008}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{cV \times 40.08}{m} \quad (2)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定时消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.1001——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钙的质量;

0.04008——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的钙的质量。

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: 碳酸钙含量不大于 0.2%; 钙含量不大于 0.1%。

4.3 水分的测定

4.3.1 方法提要

将试样在 105~110℃ 烘至恒重, 根据加热前后的减量确定水分含量。

4.3.2 仪器、设备

称量瓶: $\phi 60\text{mm} \times 30\text{mm}$ 。

4.3.3 分析步骤

称取约 2g 试样(精确至 0.0002g), 置于已恒重的称量瓶中, 移入电热恒温干燥箱内, 在 105~110℃ 下干燥至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分含量(X_3)按式(3)计算:

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

式中: m_1 ——称量瓶和试样干燥前的质量, g;

m_2 ——称量瓶和试样干燥后的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.3.5 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 0.02%。

4.4 盐酸不溶物含量的测定

4.4.1 方法提要

用盐酸溶解试样, 过滤, 洗涤。将不溶物于 $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液: 1+1。

4.4.2.2 硝酸银溶液: 10g/L。

4.4.2.3 甲基橙指示液: 1g/L。

4.4.3 仪器、设备

高温炉: 能控制温度在 $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 。

4.4.4 分析步骤

称取 1g 试样(精确至 0.01g), 置于高型烧杯中, 用少量水润湿, 加 2 滴甲基橙指示液, 盖上表面皿, 徐徐加入盐酸溶液至溶液由黄色变为红色, 再过量 5mL, 加热至沸, 趁热用中速定量滤纸过滤, 用热水洗涤沉淀至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验), 将滤纸连同不溶物移入已恒重的瓷坩埚中, 灰化, 在 $(875 \pm 25)^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐酸不溶物含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中： m_1 ——灼烧后坩埚和不溶物的质量，g；

m_2 ——坩埚的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.4.6 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 0.02%。

4.5 重金属含量的测定

4.5.1 方法提要

在微酸性介质中，重金属离子与 S^{2-} 反应，产生稳定的棕色悬浮液，和标准比对溶液比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 抗坏血酸。

4.5.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.5.2.3 冰醋酸溶液：1+16。

4.5.2.4 氨水溶液：1+1。

4.5.2.5 饱和硫化氢水：现用现配。

4.5.2.6 铅标准溶液：1mL 溶液含有 0.01mg 铅，按 GB/T 602 配制后准确稀释 10 倍。

4.5.2.7 酚酞指示液：10g/L 乙醇溶液。

4.5.3 仪器、设备

比色管：50mL。

4.5.4 分析步骤

称取 (1 ± 0.01) g 试样，置于烧杯中，用少量水润湿，盖上表面皿，缓缓加入盐酸溶液至试样全部溶解，加热至沸，冷却。全部移入比色管中，加 20mL 水和 1 滴酚酞指示液，用氨水溶液中和至微红色，加 0.5mL 冰醋酸溶液和 0.5g 抗坏血酸，加入 10mL 饱和硫化氢水，摇匀。在暗处放置 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 3mL 铅标准溶液作为标准，除不加试样外，与试样同时同样处理。

4.6 砷含量的测定

4.6.1 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，砷化氢在溴化汞试纸上形成砷斑，与标准砷斑进行比较，确定试样中的砷含量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 无砷锌粒。

4.6.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.6.2.3 碘化钾溶液：150g/L。

4.6.2.4 氯化亚锡溶液：400g/L。

4.6.2.5 乙酸铅棉花。

4.6.2.6 溴化汞试纸。

4.6.2.7 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。

4.6.3 仪器、设备

定砷器。

4.6.4 分析步骤

称取约 (1 ± 0.01) g 试样，置于测砷瓶中，加 30mL 水溶解。加 10mL 盐酸溶液，摇匀。加 2mL 碘化钾溶液、1mL 氯化亚锡溶液，摇匀，放置 15min。加 3g 无砷锌粒，立即装好装置，置于 25~40℃ 暗处放置

1~1.5h。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是用移液管移取 2mL 的砷标准溶液,除不加试样外,与试样同时同样处理。

4.7 钡含量的测定

4.7.1 方法提要

在 pH 值为 5~6 的试液中,加入铬酸钾,生成铬酸钡沉淀,与标准比浊溶液比较。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 无水乙酸钠。

4.7.2.2 盐酸溶液:1+4。

4.7.2.3 冰醋酸溶液:1+5。

4.7.2.4 铬酸钾溶液:100g/L。

4.7.2.5 氨水溶液:1+1。

4.7.2.6 钡标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mg 钡。

4.7.3 仪器、设备

比色管:50mL。

4.7.4 分析步骤

称取 (1 ± 0.01) g 试样,置于烧杯中,加 10mL 水,盖上表面皿,缓缓加入 8mL 盐酸溶液,使其全部溶解,加热煮沸 1min,滴加氨水溶液至 pH 值约为 8(用 pH 试纸试验),再加热至沸,冷却,用慢速滤纸过滤于比色管中,用少量水洗涤,加 2g 无水乙酸钠、1mL 冰醋酸溶液、1mL 铬酸钾溶液,加水至刻度,放置 15min 进行比浊,试样所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 3mL 钡标准溶液,加 3mL 盐酸溶液,以下操作与试样同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本标准的所有项目为出厂检验项目。

5.2 饲料级轻质碳酸钙每批产品不超过 5t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将采得的样品混匀,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。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.4 饲料级轻质碳酸钙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轻质碳酸钙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轻质碳酸钙进行验收,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 饲料级轻质碳酸钙包装容器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、“饲料级”字样、净含量批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的饲料级轻质碳酸钙都应附有按 GB 10648 要求印刷的牢固清晰的标签。

7 包装、运输、贮存

7.1 饲料级轻质碳酸钙用内衬食品级聚乙烯薄膜袋外套塑料编织袋包装。每袋净含量 50kg。如果用户对包装另有要求,协商解决。

7.2 饲料级轻质碳酸钙包装时内包装塑料袋使用尼龙绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 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。

7.3 饲料级轻质碳酸钙在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,严禁与有毒、有害物质混运。

7.4 饲料级轻质碳酸钙应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮,严禁与有毒、有害物质共存。
