

前 言

腐植酸钠用作饲料添加剂,在提高饲料效能和饲料报酬,防治畜禽疾病,改善肉、蛋、奶、皮等产品质量方面都有明显的效果。现在全国有不少省(区)建起了许多腐植酸钠饲料添加剂生产企业。但目前还没有适合其特点的国际标准、国家标准可采用。为了使这一行业能够健康发展,特制定本标准以加强管理。

本标准由煤炭工业部科技教育司提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:河南省煤炭科学研究所洛阳分所。

本标准主要起草人:白云灿、刘冬梅。

本标准委托河南省煤炭科学研究所洛阳分所负责解释。

中华人民共和国煤炭行业标准

饲料添加剂用腐植酸钠技术条件

MT/T 745—1997

Technical condition for sodium humate used as feed additive

1 范围

本标准规定了饲料添加剂用腐植酸钠的技术要求、测定方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。
本标准适用于以泥炭、褐煤和风化煤为原料制得的用作饲料添加剂的腐植酸钠。

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—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6679—86 固体化工产品采样通则

中华人民共和国药典 1995 年版一部 重金属检查法

ZB G21 005—87 腐植酸钠

3 技术要求

3.1 外观:黑色颗粒或粉末。

3.2 产品应符合表 1 的规定。

表 1

指 标 名 称	指 标
腐植酸(干基),%	≥50
水分(收到基),%	≤15
pH	7~9
水不溶物(干基),%	≤25
2.00 mm 筛的通过率, %	≥95
重金属(以 Pb 计),%	≤0.002 5
砷, %	≤0.001

4 测定方法

本标准中除特殊规定外,使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 腐植酸产率测定

按 ZB G21 005—87 中 2.3 的规定测定。

中华人民共和国煤炭工业部 1997-12-12 批准

1998-07-01 实施

4.2 水分测定

按 ZB G21 005—87 中 2.4 的规定测定。

4.3 pH 值测定

按 ZB G21 005—87 中 2.5 的规定测定。

4.4 水不溶物测定

按 ZB G21 005—87 中 2.7 的规定测定。

4.5 2.00 mm 筛通过率测定

4.5.1 设备

2.00 mm 试验筛(GB 6003)。

4.5.2 测定步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.1 g,置于试验筛(4.5.1)中进行筛分,将筛下物称量,精确至 0.1 g。

4.5.3 结果表述

测定结果按式(1)计算:

$$\text{腐植酸钠} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——筛下物质量, g;

m ——试样质量, g。

试样的同一试验室平行测定结果的绝对差值不大于 1%。

4.6 重金属测定

4.6.1 方法提要

在弱酸性条件下,试样中的重金属与硫代乙酰胺作用显色,与同法处理的铅标准溶液比浊。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 硝酸(GB 626):相对密度 1.41。

4.6.2.2 盐酸(GB 622):相对密度 1.18。

4.6.2.3 硫酸(GB 625):相对密度 1.84。

4.6.2.4 焦糖溶液:市购或取 5 g 蔗糖(HG3-1001),放进蒸发皿中,加 10 mL 水溶解,加入 1 mL 5% 的乙酸溶液,搅匀,放于电炉上小心加热搅拌,当水蒸发完,整个糖液变为酱色时,取下,冷却,加适量水溶解。

4.6.2.5 乙酸溶液:5%,量取 5 mL 冰乙酸(GB 676)用水稀释至 100 mL。

4.6.2.6 乙酸-乙酸钠缓冲液:pH3.5,取 20 g 无水乙酸钠(GB 694)加 300 mL 水溶解,加 1 mL 溴酚蓝指示剂、60 mL~80 mL 冰乙酸(GB 676)至溶液从蓝色转变成绿色,再加水稀释至 1 000 mL。

4.6.2.7 氨水溶液:量取 400 mL 氨水(GB 631),稀释至 1 000 mL。

4.6.2.8 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.9 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.10 硫代乙酰胺试液:取 4 g 硫代乙酰胺(HG3-970)加水使溶解成 100 mL,置冰箱中保存。用前取 5 mL 混合液[由 15 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液、5 mL 水、20 mL 甘油(GB 687)组成],加 1 mL 硫代乙酰胺溶液置水浴上加热 20 s,冷却,立即使用。

4.6.2.11 酚酞指示剂:1 g 酚酞溶于 60 mL 乙醇(GB 679)中,稀释至 100 mL。

4.6.2.12 溴酚蓝指示剂:取 0.1 g 溴酚蓝(GB 12592),加 3 mL 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液使溶解,再稀释到 200 mL。

4.6.2.13 铅标准溶液:按 GB/T 602 规定配制,然后稀释 10 倍。

4.6.3 仪器设备

4.6.3.1 马弗炉:附测温和控温仪表,能升温到 900℃,温度可调并通风。

4.6.3.2 可调电炉。

4.6.3.3 具塞刻度比色管:40 mL。

4.6.3.4 瓷坩埚:容积 30 mL。

4.6.4 测定步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.1 mg),置于瓷坩埚中,加 1 mL 硫酸(4.6.2.3),使试样润湿,用可调电炉低温加热至硫酸除尽后,加 1 mL 硝酸(4.6.2.1),蒸干,至氧化氮除尽后,放冷,在马弗炉中于 $550^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 灰化 3 h~4 h,取出后,冷却,加入 2 mL 盐酸(4.6.2.2),在水浴上蒸干后加 10 mL 水,加入 2 滴酚酞指示剂,然后滴加氨水(4.6.2.7)至溶液呈浅红色(如有沉淀析出,则过滤、洗涤,直接滤入比色管),将溶液用水定容到 40 mL。取 10 mL 移入另一支 40 mL 比色管中,加入 2 mL 铅标准溶液(4.6.2.13),再加入 2 mL 乙酸-乙酸钠溶液(4.6.2.6),用水稀释到 40 mL,为(A)液。余留的 30 mL 试样溶液加 2 mL 乙酸-乙酸钠缓冲液(4.6.2.6),用水稀释到 40 mL 为(B)液。若(A)液与(B)液颜色不同,可加焦糖溶液(4.6.2.4)使之一致。然后分别向(A)液和(B)液中各加入 2 mL 硫代乙酰胺试液,摇匀,放置 2 min,然后同放在白纸上,自上向下观察,所呈暗浊现象(B)液不得深于(A)液(重金属含量不大于 25×10^{-6})。

4.7 砷的测定

4.7.1 方法提要

将试样与艾氏剂混合灼烧,用盐酸溶解灼烧物,使五价砷还原成三价,加入锌粒,放出氢气,使砷形成砷化氢气体,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。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 艾氏剂:市购或用二份质量的轻质氧化镁(GB 9857)与一份质量的无水碳酸钠(GB 639)混合而成。

4.7.2.2 无砷金属锌(GB 2304):颗粒状,粒度 5 mm。

4.7.2.3 盐酸(GB 622)溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.4 硫酸(GB 625)溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.5 碘化钾溶液:3 g 碘化钾(GB 1272)溶于 17 mL 水中,用时现配。

4.7.2.6 氯化亚锡溶液:8 g 氯化亚锡(GB 638)溶于 12 mL 盐酸(GB 622)中。

4.7.2.7 乙酸铅棉:将脱脂棉在浓度为 400 g/L 乙酸铅(HG3-974)溶液中充分浸泡,取出,拧干,在 $80^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 下干燥,存放在干燥器中备用。

4.7.2.8 溴化汞试纸:称取 1.25 g 溴化汞(GB 1398)溶于 25 mL 乙醇(GB 679),再将无灰滤纸放入该溶液中浸泡 1 h,取出于暗处晾干,保存于密闭的棕色瓶中。

4.7.2.9 砷标准溶液:按 GB/T 602 规定配制,然后稀释 100 倍。

4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 砷测定仪:结构如图 1 所示。

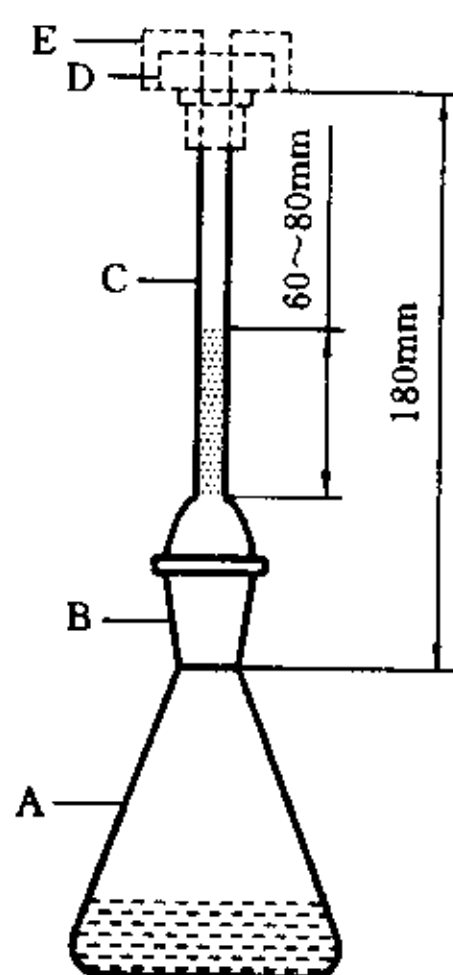


图 1

图中:A 为 100 mL 标准磨口锥形瓶;B 为中空的标准磨口塞,上连导气管 C(外径 8.0 mm,内径 6.0 mm),全长约 180 mm;D 为具孔的有机玻璃旋塞,其上部为圆形平面,中央有一圆孔,孔径与导气管 C 的内径一致,其下部孔径与导气管 C 的外径相适应,将导气管 C 的顶端套入旋塞下部孔内,并使管壁与旋塞的圆孔相吻合,粘合固定;E 为中央具有圆孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞盖,与 D 紧密吻合。

测试时,于导气管 C 中装入乙酸铅棉花 60 mg(装管高度为 60 mm~80 mm),再于旋塞 D 的顶端平面上放一片溴化汞试纸(试纸大小以能覆盖孔径而不露出平面外为宜),盖上旋塞 E 并旋紧,即可。

4.7.3.2 马弗炉:附测温和控温仪表,能升温到 900℃,温度可调并通风。

4.7.3.3 瓷坩埚:容积 30 mL。

4.7.4 测定步骤

4.7.4.1 称取约 1 g 粒度 0.2 mm 的试样(精确至 0.2 mg),放入预先盛有 2 g 艾氏剂(4.7.2.1)的瓷坩埚(4.7.3.3)中,用玻璃棒搅匀,再用 1 g 艾氏剂盖上。

4.7.4.2 将坩埚放入冷马弗炉中,在约 2 h 内加热到 800℃±10℃,并在此温度下保持 2 h~3 h,取出坩埚,冷却至室温。

4.7.4.3 将灼烧物转移到砷测定仪三角瓶中,用 20 mL 硫酸(4.7.2.4)分 2~3 次冲洗坩埚,再用 30 mL 盐酸(4.7.2.3)分数次洗坩埚,摇动烧瓶,使灼烧物充分溶解。

4.7.4.4 在上述溶解物中加入 2 mL 碘化钾溶液(4.7.2.5),1 mL 氯化亚锡溶液(4.7.2.6),摇匀。在室温下放置 15 min,加入 5 g 锌粒(4.7.2.2),立即将装好乙酸铅棉花(4.7.2.7)和溴化汞试纸(4.7.2.8)的导气管 C 密塞于 A 瓶上,将 A 瓶置 25℃~40℃水浴中,反应 1 h,取出溴化汞试纸,试样试纸所呈颜色不得深于标准。

标准是取 10 mL 砷标准溶液(4.7.2.10)于另一砷测定仪三角瓶中加入 10 mL 硫酸(4.7.2.4),20 mL 盐酸(4.7.2.3)用水稀释至 50 mL,与试样同时作同样处理。

5 检验规则

5.1 产品应由生产厂的质量检验部门检验,检验合格并签发质量合格证后方可出厂。

5.2 产品按批检验,每批质量不超过 2 t。

5.3 采样和分析试样的制备

5.3.1 产品按表 2 规定采样。

表 2

每 批 总 袋 数	采 样 数
<5	全部
5~16	4
17~400	$\sqrt{\text{总数}}$
>400	20

5.3.2 采样时用采样探子(GB 6679 附录 A)从包装袋一边斜插至对边 3/4 处采样。每采样点所取试样不少于 200 g,然后用缩分器或堆锥四分法将全部试样缩分至 500 g,分装于两个清洁、干燥、具塞的磨口玻璃瓶或塑料瓶中,贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号和采样日期、采样人姓名。一瓶作产品质量分析,另一瓶密封,保存 60 d,备查。

5.3.3 取 100 g 缩分样,研磨至全部通过 0.2 mm 孔径的标准筛,混合均匀,置于洁净、干燥的瓶中供分析用。

5.4 判定规则

5.4.1 有一项重要项目(腐植酸、水分、重金属、砷, pH)不符合本标准时,应重新两倍采样复检。复检的结果如仍有一项不符合本标准时,即判定产品不合格。

5.4.2 有两项一般项目(水不溶物和 2.00 mm 筛通过率)不符合本标准时,应重新两倍采样复检。复检的结果如仍有两项不符合本标准时,即判定产品不合格。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 产品装于无毒容器,防潮密封,每袋净重可根据用户的要求而定。

6.2 包装上应注有下列标志:产品名称、厂址、生产批号、生产日期、净重、本标准号及“饲料添加剂”字样。

6.3 本品在运输和贮存中应放在干燥处,并禁止和有毒物品一起存放。