

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 723—2003

饲 料 级 碘 酸 钾

Potassium iodate for feed

2003-12-01 发布

2004-03-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

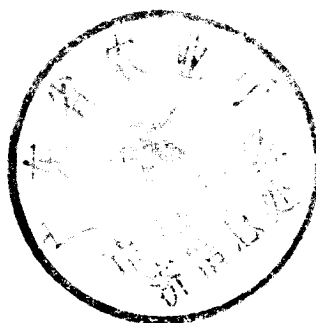
饲料级碘酸钾标准是在参阅美国食用化学品法典(F. C. C1996 年第四版)等标准及文献的基础上,经大量的实验研究制定的。

本标准由农业部市场经济与信息司提出。

本标准由农业部畜牧兽医局归口。

本标准由农业部饲料质量监督检验测试中心(西安)负责起草。

本标准主要起草人:忽桂香、李胜、李会玲、赵彩会、陈莉、韩永健、姚军虎。



饲 料 级 碘 酸 钾

1 范围

本标准规定了饲料级碘酸钾的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于氯酸钾氧化法等生产的饲料级碘酸钾。本品添加在饲料中作为碘的补充剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6435 饲料水分的测定方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 14699.1 饲料采样方法

3 要求

3.1 外观和性状

本品为无色或白色结晶粉末，无臭味，溶于水，难溶于乙醇。
样品水溶液(1+20)的 pH 值是 5.0~7.0。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标 %

指 标 名 称	指 标
碘酸钾(KIO ₃)	≥99.0
碘酸钾(以 I 计)	≥58.7
总砷(As)	≤0.000 3
重金属(以 Pb 计)	≤0.001
氯酸盐	≤0.01
干燥失重	≤0.5

4 试验方法

本标准所用试剂、水及仪器，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水，及一般实验室仪器。

测定中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他标准时，均按 GB/T 601、GB/T 602和 GB/T 603 之规定制备。

安全提示：本标准试验操作中需使用一些强酸，故需小心谨慎，避免溅到皮肤上。在使用挥发性试

NY/T 723—2003

剂时,需在通风橱中进行。

4.1 外观和性状

感官评定,应符合 3.1 要求。

4.2 pH 测定

4.2.1 仪器设备

酸度计。

4.2.2 测定方法

称取 1 g(准确至 0.01 g),置于 50 mL 烧杯中,加水 20 mL 使溶解,用酸度计测其 pH 值为 5.0~7.0。

4.3 鉴别

4.3.1 试剂和溶液

4.3.1.1 盐酸。

4.3.1.2 亚磷酸溶液(1+4)。

4.3.1.3 淀粉指示液:取可溶性淀粉 0.5 g,加水 5 mL 搅匀后,缓缓倾入 100 mL 沸水中,并不时搅拌,煮沸至半透明为止,倾取上层清液即得。

4.3.2 鉴别方法

4.3.2.1 称取本品 1 g 溶于 20 mL 水中,取 1 mL 该试液,加两滴淀粉指示液及数滴亚磷酸溶液(4.3.1.2),此液呈蓝色。

4.3.2.2 取铂丝,用盐酸润湿后在无色火焰中灼烧至无色,蘸取试样,在无色火焰中灼烧,火焰即显紫色,但含少量钠盐时,需在蓝色钴玻璃下透视方能辨认。

4.4 碘酸钾含量的测定

4.4.1 原理

在酸性溶液中,碘酸根离子被碘离子还原成游离碘,然后用硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,硫代硫酸钠将游离碘还原成碘离子,以淀粉溶液为指示液,根据颜色变化判断反应终点。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 碘化钾。

4.4.2.2 盐酸溶液:(1+4)。

4.4.2.3 淀粉指示液:按 4.3.1.3 配制。

4.4.2.4 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。

4.4.3 测定方法

称取 0.8 g 试样,称准至 0.000 1 g,置 250 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。移取 25.00 mL 置碘量瓶中,加 2 g 碘化钾,10 mL 盐酸溶液,立即塞上塞子暗处放置 5 min,加水 100 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.4)滴定,近终点时,加 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失,即为终点。同时作空白试验。

4.4.4 分析结果计算

以质量分数表示的碘酸钾(以 KIO_3 计)含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.035\ 67}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{c(V - V_0) \times 35.67}{m} \dots\dots\dots(1)$$

以质量分数表示的碘酸钾(以 I 计)含量按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V - V_0) \times 0.021\ 15}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{c(V - V_0) \times 21.15}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_1 ——试样中碘酸钾(以 KIO_3 计)的含量, %;

X_2 ——试样中碘酸钾(以 I 计)的含量, %;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样质量, 单位为克(g);

0.035 67——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, 以克表示的碘酸钾(KIO_3)的质量;

0.021 15——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, 以克表示的碘(I)的质量。

4.4.5 结果表示

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 结果表示到小数点后一位, 相对偏差不大于 1%。

4.5 砷含量的测定(银盐法)

4.5.1 方法提要

试样经酸消解, 碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷, 然后与锌粒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, 形成棕红色络合物, 用分光光度计在波长 522 nm 处测其吸光度。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 盐酸。

4.5.2.2 高氯酸。

4.5.2.3 硫酸溶液(1+1)。

4.5.2.4 硝酸。

4.5.2.5 三氯甲烷。

4.5.2.6 无砷锌粒。

4.5.2.7 碘化钾溶液: 150 g/L, 150 g 碘化钾溶于水, 定容至 1 000 mL, 储存于棕色瓶中。

4.5.2.8 氯化亚锡溶液: 400 g/L, 400 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)定容于 1 000 mL 浓盐酸中。

4.5.2.9 盐酸溶液: 1 mol/L, 量取 84 mL 盐酸, 加水至 1 000 mL。

4.5.2.10 乙酸铅棉花: 将医用脱脂棉在乙酸铅溶液(100 g/L)中浸泡约 1 h, 压除多余溶液, 自然晾干, 或在 90℃~100℃烘干, 保存于密闭瓶中。

4.5.2.11 砷吸收液[二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDTC)-三乙胺-三氯甲烷吸收溶液]: 2.5 g/L, 称取 2.5 g(精确到 0.000 2 g) Ag-DDTC 于干燥的烧杯中, 加适量三氯甲烷待完全溶解后, 转入 1 000 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 三乙胺, 用三氯甲烷定容, 于棕色瓶中存放在冷暗处。若有沉淀应过滤后使用。

4.5.2.12 砷标准储备溶液: 1.0 mg/mL, 精确称取 0.660 0 g 三氧化二砷(110℃, 干燥 2 h), 加 1 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)使之溶解, 然后加入 25 mL 硫酸溶液(60 mL/L)中和, 定容至 500 mL。此溶液每毫升含 1.00 mg 砷, 于塑料瓶中冷贮。

4.5.2.13 1.0 μg/mL 砷标准工作溶液: 准确吸取 5.00 mL 砷标准储备溶液(4.5.2.12), 于 100 mL 容量瓶中, 加水定容, 此溶液含砷 50 μg/mL。

准确吸取 50 μg/mL 砷标准溶液 2.00 mL, 于 100 mL 容量瓶中, 加 1 mL 砷试剂, 加水定容, 摇匀, 此溶液含砷 1.0 μg/mg。

4.5.3 仪器和设备

4.5.3.1 分光光度计。

4.5.3.2 砷发生装置: 锥形瓶、导气管、吸收瓶(见图 1)。

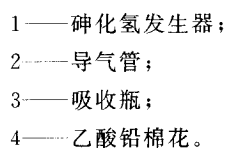


图 1 砷化氢发生及吸收装置

4.5.4 测定步骤

4.5.4.1 试样处理

称取试样 3 g~5 g, (精确至 0.001 g) 于 250 mL 三角瓶中, 加水少许润湿试样, 然后加入 20 mL 硝酸, 5 mL 硫酸, 瓶口插漏斗, 放置 4 h, 加入 5 mL 高氯酸, 置加热板上消化。随消化时间的延长而逐渐升温, 待消化液产生紫色及排出紫色气体时, 继续升温消化, 直至瓶内消化液完全变白后取下, 放冷。加 10 mL 1 mol/L 盐酸溶液煮沸溶解, 放冷后移入 50 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀待测。同时制备试剂空白液。

4.5.4.2 标准曲线绘制

准确吸取砷标准工作溶液(1.0 μg/mL) 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、

8.00 mL,分别置砷发生器的锥形瓶中,加水至 40 mL。加入 10 mL 1 : 1 硫酸溶液,2 mL 碘化钾溶液(4.5.2.7),摇匀,1 mL 氯化亚锡溶液(4.5.2.8),摇匀,静置 15 min。加 3 g 无砷锌粒,迅速插上装有乙酸铅棉花的导气管,使管尖插入盛有 5 mL 吸收液的刻度试管的液面下,使产生的砷化氢气体通入吸收液中。常温反应 45 min,取下吸收管,补加三氯甲烷至 5 mL,摇匀。将溶液倒入 1 cm 比色杯中,于波长 522 nm 处测吸光度。以砷含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.5.4.3 样品测定

精确吸收一定量的试样消化液(4.5.4.1)及试剂空白液于砷发生器的锥形瓶中,加水至 40 mL,按绘制标准曲线的步骤,测出相应的吸光度,与标准曲线比较求出试样中砷含量。

4.5.5 测定结果

4.5.5.1 计算公式

以质量分数表示的砷含量(%)按式(3)计算:

$$X_{As} = \frac{V_1(m_1 - m_2)}{m \cdot V_2} \times 10^{-4} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- X_{As} ——试样中砷含量,%;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- V_1 ——试样消化液总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测定用试样消化液体积,单位为毫升(mL);
- m_1 ——测定用试样消化液中砷的质量,单位为微克(μ g);
- m_2 ——空白试液中砷的质量,单位为微克(μ g)。

4.5.5.2 结果表示

每个样品应做平行样,以其算术平均值为分析结果,结果表示至小数点后两位。当每千克试样中含砷量大于等于 1.0 μ g 时,结果取三位有效数字。

4.5.5.3 允许差

分析结果的相对偏差,应符合表 2 要求。

表 2 要求

每千克碘酸钾中含砷量/mg	允许相对偏差/(%)
≤1.00	≤20
1.01~5.00	≤10
5.01~10.00	≤5
≥10.01	≤3

4.6 铅含量的测定(原子吸收光谱法)

4.6.1 方法提要

样品经消解处理后,再经萃取分离,然后导入原子吸收分光光度计中,原子化后测其在 283.3 nm 处的吸光度,与标准系列比较定量。

4.6.2 试剂和溶液

- 4.6.2.1 硝酸。
- 4.6.2.2 硫酸。
- 4.6.2.3 高氯酸。
- 4.6.2.4 甲基异丁酮。
- 4.6.2.5 盐酸溶液:同 4.5.2.9。
- 4.6.2.6 碘化钾溶液:浓度 $c(KI)$ 为 1 mol/L。称取 166 g 碘化钾,溶于 1 000 mL 水中,储存于棕色瓶中。

NY/T 723—2003

4.6.2.7 抗坏血酸溶液:50 g/L。称取 5.0 g 抗坏血酸,溶于水中,稀释至 100 mL,储存于棕色瓶中。

4.6.2.8 铅标准工作液:1.0 μg/mL。用铅标准溶液(1 000 μg/mL)稀释即可。

4.6.3 仪器和设备

4.6.3.1 原子吸收分光光度计。

4.6.3.2 铅空心阴极灯。

4.6.4 测定步骤

4.6.4.1 试样处理

称取试样 5 g(精确至 0.001 g)于 250 mL 三角瓶中,加水少许,湿润试样,然后加入 20 mL 硝酸,5 mL 硫酸,瓶口插漏斗,放置 4 h,加入 5 mL 高氯酸,置加热板上消化。随消化时间的延长而逐渐升温,待消化液产生紫色及排出紫色气体时,继续升温消化。直至瓶内消化液完全变白后取下,放冷。加 10 mL 盐酸溶液(4.5.2.9)煮沸溶解,放冷后移入 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,待用。

同时制备试剂空白溶液。

4.6.4.2 标准曲线绘制

精确移取 0 mL、4 mL、8 mL、12 mL、16 mL、20 mL 的铅标准工作液(4.6.2.8)于 25 mL 容量瓶中,加水至 20 mL,准确加入 2 mL 碘化钾溶液(4.6.2.6),振动摇匀;加入 1 mL 抗坏血酸溶液(4.6.2.7),振动摇匀;准确加入 2 mL 甲基异丁酮溶液,激烈振动 3 min,静置萃取后,将有机相导入原子吸收分光光度计,在 283.3 nm 波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标,铅含量为横坐标,绘制标准曲线。

4.6.4.3 试样测定

分别精确吸取 5 mL~10 mL 消化液和试剂空白液于 25 mL 容量瓶中,按绘制标准曲线的步骤进行测定,测出相应吸光度值和标准曲线比较定量。

4.6.5 测定结果

4.6.5.1 计算公式

以质量分数表示的铅含量(%)按式(4)计算:

$$X_{Pb} = \frac{V_1(m_1 - m_2)}{m \cdot V_2} \times 10^{-4} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- X_{Pb} ——试样中铅含量,%;
 m ——试样质量,单位为克(g);
 V_1 ——试样消化液总体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——测定用试样消化液体积,单位为毫升(mL);
 m_1 ——测定用试样消化液中铅的质量,单位为微克(μg);
 m_2 ——空白试液中铅的质量,单位为微克(μg)。

4.6.5.2 结果表示

每个样品应做平行样,以其算术平均值为分析结果,结果表示至小数点后两位。

4.6.5.3 允许差

分析结果的相对偏差,应符合表 3 要求。

表 3 要求

每千克碘酸钾中含铅量/mg	允许相对偏差/(%)
≤5.00	≤20
5.01~15.00	≤15
15.01~30.00	≤10
≥30.01	≤5

4.7 水分的测定

按 GB/T 6435 执行。

4.8 氯酸盐的测定

4.8.1 试剂和材料:硫酸。

4.8.2 测定步骤:称取 $1.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样,放入白色瓷皿中加 2 mL 硫酸放置 10 min ,应仍显白色,不得有颜色和气体产生。

5 检验规则

5.1 出厂检验:产品出厂时应检验干燥失重和主成分含量。

5.2 型式检验:本标准规定的全部要求为型式检验项目,当产品投产或原材料更换或监督检查或停产半年以上重新生产时,须进行型式检验。

5.3 饲料级碘酸钾应由生产厂的质量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产品符合本标准要求。每批出厂产品都应附有产品合格证。

5.4 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料级碘酸钾产品进行验收。

5.5 采样方法:按 GB/T 14699.1 执行。

5.6 判定规则:若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,则应加倍抽样进行复验,复验结果仍有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品判为不合格品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

包装上应有警示符及“不能直接接触皮肤、眼睛”字样。

标签

标签按 GB 10648 执行。

6.2 包装

包装物用棕色或不透光塑料袋、木桶内衬黑色塑料袋热塑封口包装,外包装以纸箱、木箱、木桶包装。

6.3 运输

产品在运输过程中应有遮盖物,防止日晒雨淋,严禁碰撞,防止包装物破损、严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本产品应贮存在清洁、通风、干燥、阴凉的地方,严禁与有毒有害物品混贮。

中 华 人 民 共 和 国 农 业
行 业 标 准
饲 料 级 碘 酸 钾
NY/T 723—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

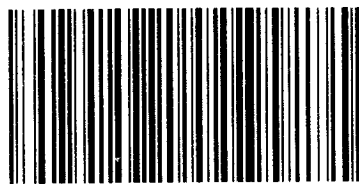
*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 15 千字
2004年2月第一版 2004年2月第一次印刷
印数 1—600

*

书号: 155066·2-15557 定价 10.00 元
网址 www.bzcb.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



NY/T 723—2003