

ICS 65.120
B 46
备案号:34573—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2418—2011

代替 HG 2418—1993

饲料级 碘酸钙

Feed grade calcium iodate

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG 2418—1993《饲料添加剂碘酸钙》。与 HG 2418—1993 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

——修改了要求中碘酸钙含量的表示方法:由“ $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2$ ”表示,改为“ $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ”表示,对应的指标由“99.5 %”改为“99.32 %~101.0 %”(见 4.2,1993 年版的 3.2)。

——删除了酸溶试验指标和分析方法(见 1993 年版的 3.2)。

——增加了二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷含量(见 5.7)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院。

本标准起草人:张静娟。

饲料级 碘酸钙

1 范围

本标准规定了饲料级碘酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输以及贮存。
本标准适用于过氧化氢法、复分解法生产的饲料级碘酸钙。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6003.1—1997 金属丝编制网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 23947.1—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分:二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分:砷斑法

GB/T 23950—2009 无机化工产品中重金属测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:407.90(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色结晶或结晶性粉末。

4.2 饲料级碘酸钙按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
碘酸钙[以 $\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 计] $w/\%$	99.32~101.0
(以 I 计) $w/\%$	61.8~62.8
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	≤ 0.001
砷(As) $w/\%$	≤ 0.0005
氯酸盐	通过试验
细度(通过 180 μm 试验筛) $w/\%$	≥ 95

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 鉴别

5.3.1 试剂

5.3.1.1 盐酸。

5.3.1.2 亚磷酸溶液:1+4。

5.3.1.3 淀粉指示液:10 g/L。

5.3.2 碘酸根离子的鉴别

取 5 mL 碘酸钙的饱和溶液,加一滴淀粉指示液,两滴次亚磷酸溶液,溶液呈现易消失的蓝色。

5.3.3 钙离子的鉴别

取铂丝,用盐酸润湿,先无色火焰上燃烧至无色,蘸上用水润湿后的碘酸钙在无色火焰上燃烧,呈红色。

5.4 外观的判别

在自然光下,用目视法判别外观。

5.5 碘酸钙含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性介质中,碘酸根与碘化钾反应,析出碘,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 高氯酸。

5.5.2.2 碘化钾。

5.5.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

5.5.3 分析步骤

称取 0.6 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 高氯酸,10 mL 水,微热溶解试样,冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 50 mL 置于 250 mL 碘量瓶中,加入 1 mL 高氯酸,3 g 碘化钾,迅速盖紧瓶塞后水封,于暗处静置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定

溶液滴定至浅黄色,加 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。同时进行空白试验。

空白试验:除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与试样溶液相同。

5.5.4 结果计算

碘酸钙含量以碘酸钙 $[\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times 10^{-3} c M_1}{m \times 50/250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

碘酸钙含量以碘(I)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0) \times 10^{-3} c M_2}{m \times 50/250} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——碘酸钙 $[\text{Ca}(\text{IO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 33.99$);

M_2 ——碘(1/6I)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 21.15$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

5.6 重金属含量的测定

5.6.1 方法提要

同 GB/T 23950—2009 第 5 章。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 同 GB/T 23950—2009 第 6 章。

5.6.3 仪器

同 GB/T 23950—2009 第 7 章。

5.6.4 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 50 mL 瓷坩埚中,加 3 mL 盐酸溶液,于砂浴上蒸干,再加 3 mL 盐酸溶液,于砂浴上蒸干,如此反复操作直至无碘的黄色形成为止。残渣加 10 mL 水并在水浴上加热溶解,全部转移至 50 mL 纳氏比色管中(必要时过滤),加 1 滴酚酞指示液,滴加氨水溶液至呈微红色,然后加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液,混匀。以下同 GB/T 23950—2009 的 8.3。

标准比色溶液是移取 2.00 mL 铅标准溶液 II [1 mL 溶液含有铅(Pb)0.010 mg],置于 50 mL 纳氏比色管中,与同体积的试样溶液同时同样处理。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法(仲裁法)

5.7.1.1 方法提要

同 GB/T 23947.1—2009 第 2 章。

5.7.1.2 试剂

5.7.1.2.1 盐酸溶液:2+1。

5.7.1.2.2 同 GB/T 23947.1—2009 第 3 章。

5.7.1.3 仪器

同 GB/T 23947.1—2009 第 4 章。

5.7.1.4 分析步骤

5.7.1.4.1 空白试验:同 GB/T 23947.1—2009 第 5.2 条。

5.7.1.4.2 工作曲线的绘制:同 GB/T 23947.1—2009 第 5.3 条。

5.7.1.4.3 测定:称取 $1\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 瓷坩埚中,加 5 mL 盐酸溶液,于沸水浴上蒸干,再加 5 mL 盐酸溶液,于沸水浴上蒸干,如此反复操作直至无碘的黄色形成为止。残渣加 10 mL 水并在水浴上加热溶解,全部转移至定砷仪的锥形瓶中,加 5 mL 盐酸,加水至约 40 mL。以下按照 GB/T 23947.1—2009 第 5.4 条所述的步骤操作。

5.7.1.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1 %。

5.7.2 砷斑法

5.7.2.1 方法提要

同 GB/T 23947.2—2009 第 3 章。

5.7.2.2 试剂和材料

5.7.2.2.1 盐酸溶液:2+1。

5.7.2.2.2 同 GB/T 23947.2—2009 第 6 章。

5.7.2.3 仪器

同 GB/T 23947.2—2009 第 7 章。

5.7.2.4 分析步骤

称取 $0.40\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 瓷坩埚中,加 5 mL 盐酸溶液,于沸水浴上蒸干,再加 5 mL 盐酸溶液,于沸水浴上蒸干,如此反复操作直至无碘的黄色形成为止。残渣加 10 mL 水并在水浴上加热溶解,全部转移至定砷仪的锥形瓶中,加水约至 60 mL,再加 5 mL 盐酸,摇匀。以下按照 GB/T 23947.2—2009 第 8.2 条所述的步骤操作。

标准是用移液管移取 2.00 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含有砷(As)0.001 mg],与试样溶液同时同样处理。

5.8 氯酸盐的检验

5.8.1 试剂

硫酸。

5.8.2 分析步骤

称取 $1.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 试样,置于白色瓷皿中,加入 2 mL 硫酸,放置 10 min,应无氯气味产生。

5.9 细度的测定

5.9.1 仪器、设备

5.9.1.1 试验筛:GB/T 6003.1—1997,R40/3 系列, $\phi 200\text{ mm}\times 50\text{ mm}\times 0.18\text{ mm}$,带有筛底和筛盖。

5.9.1.2 振筛机。

5.9.2 分析步骤

称取约 $50.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 试样,放入试验筛中。加盖,置于振筛机上振动 2 min 或人工筛分。称量筛下物的质量,精确至 0.1 g。

5.9.3 结果计算

细度以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——通过试验筛的试料的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

6 检验规则

- 6.1 本标准技术要求中所列项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
- 6.2 用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的饲料级碘酸钙为一批，每批产品不超过 1 t。
- 6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定。
- 6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，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。

7 标志、标签

- 7.1 饲料级碘酸钙包装容器上应有按 GB 10648 要求印刷的牢固清晰的标签，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、“饲料级”字样、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号和标志、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。
- 7.2 每批出厂的饲料级碘酸钙都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、“饲料级”字样、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号及标志、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

- 8.1 饲料级碘酸钙应使用内衬聚乙烯薄膜袋包装，外用纸板桶或木箱包装，每桶(箱)净含量 25 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。
- 8.2 运输过程中，防止雨淋，不得受潮，包装不得受到污损，禁止与有害、有毒物质及其他污染物品混贮、混运。
- 8.3 饲料级碘酸钙贮存于干燥通风的库房内，防止受潮污染，禁止与有害、有毒物质及其他污染物品混贮。
- 8.4 饲料级碘酸钙在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下，自出厂之日起保质期至少 12 个月。