

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB 504—2008
代替 XB 504—1993

柠檬酸稀土络合物饲料添加剂

Citric rare earth complex for feed additives

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准与 XB 504—1993《稀土有机络合物饲料添加剂》相比,主要变化如下:

- 将标准名称由《稀土有机络合物饲料添加剂》修改为《柠檬酸稀土络合物饲料添加剂》;
- 按 GB/T 17803—1999《稀土产品牌号表示方法》的要求采用数字牌号;
- 删除了维 C 态稀土有机络合物饲料添加剂的产品牌号;
- 柠檬酸稀土颜色由浅绿色粉末改为浅黄色粉末。

本标准附录 A 为规范性附录、附录 B 为资料性附录。

本标准由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本标准由有研稀土新材料股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准主要起草人:王甲辰、亢锦文、刘向生、朱玉华、王向红、杨军、张赫、伍艳平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- XB 504—1993。

柠檬酸稀土络合物饲料添加剂

1 范围

本标准规定了柠檬酸稀土络合物饲料添加剂的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以北方稀土矿经高温硫酸焙烧、萃取分离中、重稀土后的轻稀土氯化物为原料，以柠檬酸为络合剂，经化学合成法制得的柠檬酸稀土络合物。该产品用作畜禽、水产及其他养殖业的饲料添加剂。

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 8170 数值修约规则

GB/T 12687（所有部分） 农用硝酸稀土化学分析方法

3 要求

3.1 产品牌号及化学成分应符合表 1 的规定。

3.2 粒度不大于 170 μm 。

3.3 产品为浅黄色粉末，易溶于水，产品应清洁，无可见的机械夹杂物。

表 1

产品 牌号	化学成分(质量分数)/%				
	REO 不小于	有害杂质含量,不大于			
		As	Hg	Cd	Pb
202032	32	2×10^{-4}	0.1×10^{-4}	5×10^{-4}	3×10^{-3}

4 试验方法

4.1 产品中稀土氧化物总量的分析方法按附录 A(规范性附录)的规定进行。

4.2 产品中砷、镉、铅的分析方法按 GB/T 12687 的规定进行。

4.3 产品中汞的分析方法按附录 B(资料性附录)的规定进行。

4.4 粒度检查用筛分法。

4.5 数值修约规定按 GB/T 8170 的规定进行。

4.6 产品外观用目视检查。

5 检验规则

5.1 检查和验收

5.1.1 产品由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准的规定，并填写质量证明书。

5.1.2 需方可对收到的产品按本标准的规定进行检验。如检验结果与本标准规定不符时，应在收到产品之日起两个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

5.2 组批

产品应成批检验,每批应由同一牌号的产品组成。

5.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、粒度和外观的检验。

5.4 取样和制样

化学成分分析的仲裁取样件数按表 2 规定。用插管在每件(袋)中心及周围等距离处取 3 点,每件(袋)取样量不少于 10 g,将试样混匀后,用四分法迅速缩分至试样所需数量,装入清洁的塑料瓶(袋)中并封口。

表 2

件(袋)数	1~5	6~49	50~100	>100
取样件(袋)数	件(袋)数的 100%	5	件(袋)数的 10% 取整数	件(袋)数的平方根 取正整数

5.5 检验结果判定

化学成分、粒度的仲裁分析结果与本标准规定不符时,应从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行复验,若仍有一项结果不合格,则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志、包装

桶(箱)外应有明显标志,注明:供方名称、产品名称、批号、净重、生产日期及“防潮”标志或字样。产品用聚乙烯等无毒材料密封包装,连同使用说明书一起装入纸板桶或内衬塑料袋的纸箱中。

6.2 运输、贮存

产品需存放于干燥处,不得露天放置。运输时严防受潮及与有毒物品混放。

6.3 质量证明书

每批产品应附质量证明书,注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称;
- c) 牌号、批号、净重、毛重、件数;
- d) 各项分析检验结果及检验部门印记;
- e) 本标准编号;
- f) 生产日期及使用说明;
- g) 检验日期;
- h) 有效日期。

附 录 A

(规范性附录)

柠檬酸稀土络合物饲料添加剂化学分析方法
重量法测定稀土氧化物总量

A.1 范围

本附录规定了柠檬酸稀土络合物中稀土氧化物总量的测定方法。

本附录适用于柠檬酸稀土络合物中稀土氧化物总量的测定。测定范围 20%~70%。

A.2 方法原理

试样经溶解除去有机物,盐酸溶解残渣。用氨水沉淀稀土以分离钙、镁,沉淀用盐酸溶解,用草酸沉淀稀土。沉淀经灼烧后用重量法测定稀土氧化物总量。

A.3 试剂

A.3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

A.3.2 盐酸(1+1)。

A.3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

A.3.4 硝酸(1+1)。

A.3.5 高氯酸(ρ 1.675 g/mL)。

A.3.6 氨水(1+1)。

A.3.7 草酸溶液(50 g/L)。

A.3.8 草酸溶液(20 g/L)。

A.3.9 氯化铵溶液(20 g/L),用氨水(A.3.6)调至 pH8~9。

A.3.10 甲酚红指示剂(1 g/L),用乙醇配制。

A.4 设备

A.4.1 高温炉:温度 0℃~1 000℃。

A.4.2 天平:精度 0.1 mg。

A.5 分析步骤

A.5.1 称取 0.5 g(精确至 0.000 1g)试料置于 250 mL 烧杯中,加 35 mL~40 mL 硝酸(A.3.4),5 mL 高氯酸,低温加热进行溶解,直到溶液无色,继续加热至冒高氯酸白烟,取下烧杯冷却,用水洗杯壁、过滤洗涤,加热蒸至近干取下,冷却,用水吹洗杯壁,加入 5 mL 盐酸(A.3.2),加热溶解至清,取下烧杯,加入 100 mL 水,加热煮沸。滴加氨水(A.3.6)至沉淀出现,并过量 20 mL,继续加热煮沸,取下稍冷。趁热用中速定量滤纸过滤。用氯化铵溶液洗涤烧杯 2 次~3 次,洗沉淀 5 次~6 次。将沉淀连同滤纸放入原烧杯中,加 2 mL 盐酸(A.3.1),捣碎滤纸,加 100 mL 沸水,在不断搅拌下,缓慢加 100 mL 煮沸的草酸溶液(A.3.7)沉淀稀土,加 2 滴~3 滴甲酚红指示剂,用氨水(A.3.6)调至溶液恰呈橙黄色(pH1.5~2),静置 4 h 以上。

A.5.2 沉淀用慢速定量滤纸过滤,用带有橡皮头的玻璃棒擦洗杯壁。用草酸溶液(A.3.8)洗烧杯 3 次,洗沉淀 8 次~10 次。

A.5.3 将沉淀连同滤纸放入已恒重的坩埚中,低温灰化后,于 900℃高温炉中灼烧 90 min,取出后放入

干燥器中冷至室温,重复灼烧至恒重。

A.6 分析结果的计算与表述

按式(A.1)计算稀土氧化物总量的质量分数,数值以%表示。

$$w(\text{REO}) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

m_1 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——稀土氧化物总量与铂坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

A.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.1 所列允许差。

表 A.1

稀土氧化物总量(质量分数)/%	允许差(质量分数)/%
20.0~40.0	0.4
>40.0~50.0	0.5
>50.0~60.0	0.6
>60.0~70.0	0.7

附录 B

(资料性附录)

柠檬酸稀土络合物饲料添加剂化学分析方法
冷原子吸收光谱法测定微量汞

B.1 适用范围

本附录规定了柠檬酸稀土络合物中微量汞的测定方法。

本附录适用于柠檬酸稀土络合物中微量汞的测定。测定范围 0.000 01%~0.001 0%。

B.2 方法原理

试样用硝酸溶解,用氯化亚锡将溶液中的汞离子还原成汞。在测汞装置上测量汞蒸气产生的原子吸收信号。

B.3 试剂

B.3.1 硝酸(1+1),优级纯。

B.3.2 氯化亚锡硫酸溶液:称取 2 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 硫酸(1+4)中。

B.3.3 汞标准溶液:称取 1.000 0 g 金属汞于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL~30 mL 硝酸(1+1),置于通风橱内慢慢加热至完全分解(应在通风良好的橱中分解汞,以防中毒)。用水稀释后,移入 1 000 mL 容量瓶中,再加水稀释至刻度,摇匀。溶液酸度为 1%,此溶液 1 mL 含 1 mg 汞,其浓度 $c(\text{Hg}^{2+}) = 0.004 99 \text{ mol/L}$ 。

B.4 仪器

配有汞蒸气发生装置的原子吸收光谱仪,附汞元素灯。分析线波长 253.7 nm。

B.5 分析步骤

B.5.1 称取适量试样(0.2 g~2.0 g)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL~30 mL 水和 2 mL 硝酸(B.3.1)溶解试样,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。同时做空白试验。

B.5.2 分取 20 mL 试样溶液置于汞蒸气发生瓶中,加入 2 mL 氯化亚锡硫酸溶液还原汞,从测汞装置的显示仪表读取测量信号峰值。

B.5.3 工作曲线的绘制:移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.0 mL 汞标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(B.3.1),用水稀释至刻度,混匀。分取 20 mL 置于汞蒸气发生瓶中,加入 2 mL 氯化亚锡硫酸溶液还原汞,从测汞装置的显示仪表上读取测量信号峰值。根据汞浓度与测量值(扣除零浓度标准溶液测量值)的对应关系绘制工作曲线。

B.6 分析结果计算

根据试样溶液测定值(扣除空白试验的测量值)从工作曲线上查出试样溶液中汞浓度,按式(B.1)计算汞的质量分数,数值以%表示。

$$w(\text{Hg}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

c ——从工作曲线上查出的汞浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

B.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B.1 所列允许差。

表 B.1

汞含量(质量分数)/%	允许差(质量分数)/%
0.000 01~0.000 05	0.000 01
>0.000 05~0.000 10	0.000 02
>0.000 10~0.000 20	0.000 03
>0.000 20~0.000 40	0.000 05
>0.000 40~0.000 60	0.000 07
>0.000 60~0.000 80	0.000 09
>0.000 80~0.001 0	0.000 11