



中华人民共和国国家标准

GB/T 25865—2010

饲料添加剂 硫酸锌

Feed additive—Zinc sulphate

2011-01-10 发布

2011-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:中国饲料工业协会、浙江省饲料监察所、杭州富阳新兴饲料有限公司。

本标准主要起草人:朱聪英、胡广东、张志健、田莉、任玉琴、金海丽、吴望君、吕伟军、冯杰、刘士杰、何建兴。

饲料添加剂 硫酸锌

1 范围

本标准规定了饲料添加剂硫酸锌的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以含锌原料与硫酸反应生成的饲料添加剂硫酸锌。

分子式： $\text{ZnSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 。

相对分子质量： $179.47(n=1)$ ， $287.56(n=7)$ （按 2007 年国际相对原子质量）。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 13082 饲料中镉的测定方法

3 产品分类

饲料添加剂硫酸锌根据含锌量分为：一水硫酸锌，含锌量 $\geq 34.5\%$ ；七水硫酸锌，含锌量 $\geq 22.0\%$ 。

4 技术要求

4.1 外观和性状

一水硫酸锌为白色或类白色粉末，在酸溶液中易溶，在水中微溶，在乙醇中不溶；七水硫酸锌为无色透明的棱柱状或细针状结晶或颗粒状结晶性粉末，有风化性，在水中极易溶解，在乙醇中不溶。

4.2 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	$\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
硫酸锌含量/%	≥ 94.7	97.3

表 1 (续)

项 目		指 标	
		ZnSO ₄ · H ₂ O	ZnSO ₄ · 7H ₂ O
锌含量/%	≥	34.5	22.0
砷(As)/(mg/kg)	≤	5	5
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	10	10
镉(Cd)/(mg/kg)	≤	10	10
粉碎粒度	W=250 μm 试验筛通过率/%	≥	95
	W=800 μm 试验筛通过率/%	≥	—
			95

5 试验方法

本标准中所用试剂和水,在未注明其要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

安全提示:本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者必须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

5.1 鉴别试验

5.1.1 试剂和材料

- 5.1.1.1 三氯甲烷。
- 5.1.1.2 盐酸。
- 5.1.1.3 硝酸。
- 5.1.1.4 乙酸溶液:1+10(体积比)。
- 5.1.1.5 硫酸钠溶液:250 g/L。
- 5.1.1.6 双硫脲四氯化碳溶液:1+100(体积比)。
- 5.1.1.7 氯化钡溶液:50 g/L。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 锌离子的鉴别

称取 0.2 g 试样,溶于 5 mL 水中。移取 1 mL 试液,用乙酸溶液(5.1.1.4)调节溶液的 pH 值为 4~5,加 2 滴硫酸钠溶液(5.1.1.5),再加数滴双硫脲四氯化碳溶液(5.1.1.6)和 1 mL 三氯甲烷(5.1.1.1),振摇后,有机层显紫红色。

5.1.2.2 硫酸根离子的鉴别

取试样少量,加水溶解,滴加氯化钡溶液(5.1.1.7),即生成白色沉淀;分离,沉淀在盐酸(5.1.1.2)、硝酸(5.1.1.3)中均不溶解。

5.2 硫酸锌含量的测定

5.2.1 方法提要

试样溶解后,通过掩蔽剂掩蔽其他离子干扰,在 pH 值 5~6 的条件下,乙二胺四乙酸二钠(EDTA)

与锌离子络合,用二甲酚橙指示剂指示滴定终点。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 抗坏血酸。

5.2.2.2 硫酸溶液:1+1(体积比)。

5.2.2.3 氟化氢溶液:200 g/L。

5.2.2.4 硫脲溶液:100 g/L。

5.2.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5.5):称取 200g 乙酸钠,加适量水溶解,加 10 mL 乙酸,用水稀释至 1 000 mL。

5.2.2.6 二甲酚橙指示液:2 g/L,有效期为 1 周。

5.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ (按 GB/T 601 配制、标定)。

5.2.3 分析步骤

称取一水硫酸锌试样约 0.2 g(或七水硫酸锌试样约 0.3 g),精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形烧瓶中,加少量水润湿,滴加 2 滴硫酸溶液(5.2.2.2)使试样溶解,加水 50 mL、氟化氢溶液(5.2.2.3) 10 mL、硫脲溶液(5.2.2.4)2.5 mL、抗坏血酸(5.2.2.1)0.2 g,摇匀溶解后加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.2.2.5)和 3 滴二甲酚橙指示液(5.2.2.6),用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.2.2.7)滴定至溶液由红色变为亮黄色或黄色即为终点,并同时做空白试验。

5.2.4 结果的表示和计算

一水硫酸锌含量 X_1 ,以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.179 5}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.179 5——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的、以克表示的一水硫酸锌的质量。

七水硫酸锌含量 X_2 ,以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c(V - V_0) \times 0.287 5}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_0 ——滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.287 5——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$]相当的、以克表示的七水硫酸锌的质量。

锌含量 X_3 ,以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V - V_0) \times 0.065 38}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

V_0 —— 滴定空白溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

V —— 滴定试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

c —— 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m —— 试样质量，单位为克(g)；

0.065 38 —— 与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的锌的质量。

计算结果保留三位有效数字。

5.2.5 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值之差不得超过 0.15%。

5.3 砷含量的测定

按 GB/T 13079 中规定的方法测定。

5.4 铅含量的测定

按 GB/T 13080 中规定的方法测定。

5.5 镉含量的测定

按 GB/T 13082 中规定的方法测定。

5.6 粉碎粒度的测定

按 GB/T 5917.1 中规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 应由生产企业的质量检验部门进行检验，本标准规定的所有项目为出厂检验项目，生产企业应保证出厂产品均符合本标准的要求。

6.2 在规定期限内具有同一性质和质量，并在同一连续生产周期中生产出来的一定数量的产品为一批。

6.3 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行质量检验，检验其是否符合本标准的要求。

6.4 取样方法：抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性的样品瓶(袋)，瓶(袋)上贴有标签，注明生产企业名称、产品名称、批号及取样日期。抽样时，用清洁、适用的取样工具伸入包装容器的四分之三深处，将所取样品充分混匀，以四分法缩分，每批样品分 2 份，每份样品量应不少于检验所需试样的 3 倍量，装入样品瓶(袋)中，一瓶(袋)供检验用，另一瓶(袋)密封保存备查。

6.5 出厂检验若有一项指标不符合本标准的要求时，允许从加倍包装中抽样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品判为不合格品。

6.6 如供需双方对产品质量发生异议时，可由双方商请仲裁单位按本标准的检验方法和规则进行仲裁。

7 标签、包装、运输和贮存

7.1 标签

按 GB 10648 中的规定执行。

7.2 包装

装于适宜的容器中,采用密封包装,包装材料的卫生标准应符合要求。每件包装的质量可根据客户的要求而定。

7.3 运输

在运输过程中应防潮,防止包装破损,严禁与有毒有害物质及酸、碱物质混运。

7.4 贮存

应贮存在干燥、无污染的地方。

7.5 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期为十二个月。逾期应重新检验是否符合本标准要求。
