

ICS 65.120
G 46
备案号:34575—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2792—2011
代替 HG 2792—1996

饲料级 氧化锌

Feed grade zinc oxide

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 2792—1996《饲料添加剂 氧化锌》，与 HG 2792—1996 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了铅含量指标，由“不大于 0.005 %”改为“不大于 0.002 %”（见 4.2, 1996 年版的 3.2）；
- 修改了镉含量指标，由“不大于 0.001 %”改为“不大于 0.000 8 %”（见 4.2, 1996 年版的 3.2）；
- 修改了砷含量指标，由“不大于 0.001 %”改为“不大于 0.000 5 %”（见 4.2, 1996 年版的 3.2）；
- 修改了细度指标，由“不小于 95 %”修改为“不小于 98 %”（见 4.2, 1996 年版的 3.2）；
- 修改了氧化锌含量的测定方法，将“亚铁氰化钾容量法”确定为仲裁法（见 5.5, 1996 年版的 4.2.1）。

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。

本标准主要起草单位：无锡市东泰精细化工有限责任公司、洛阳市蓝天化工厂、中海油天津化工研究设计院、宝鸡天鑫工业添加剂有限公司、兰州黄河锌品有限责任公司、山西丰海纳米科技有限公司、成都蜀星饲料有限公司。

本标准主要起草人：杨运、黄利炫、弓创周、冯铸、韩进洋、蒋素萍、王韶辉。

饲料级 氧化锌

1 范围

本标准规定了饲料级氧化锌的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于饲料级氧化锌,作为饲料加工中锌的补充剂。

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 金属丝编织网试验筛

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 13080—2004 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 13082—1991 饲料中镉的测定方法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷含量测定的通用方法 砷斑法

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:ZnO

相对分子质量:81.41(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色或微黄色粉末。

4.2 饲料级氧化锌按本标准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
氧化锌(ZnO)w/%	≥ 95.0
氧化锌(以Zn计)w/%	≥ 76.3
铅(Pb)w/%	≤ 0.002
镉(Cd)w/%	≤ 0.0008
砷(As)w/%	≤ 0.0005
细度(通过150 μ m试验筛)w/%	≥ 98

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

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,均指分析纯试剂和蒸馏水或 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 锌离子的鉴别

5.3.1 试剂

5.3.1.1 三氯甲烷(氯仿)。

5.3.1.2 盐酸溶液:1+1。

5.3.1.3 硫酸钠溶液:250 g/L。

5.3.1.4 氨水溶液:1+1。

5.3.1.5 双硫脲四氯化碳溶液:1+100。

5.3.2 分析步骤

称取 0.2 g 试样,加 10 mL 盐酸溶液,加热至试样全部溶解,加 5 mL 水,用氨水溶液调节 pH 至 4~5,加 2 滴硫酸钠溶液,再加数滴双硫脲四氯化碳溶液和 1 mL 三氯甲烷,振摇后,有机层显紫红色。

5.4 外观判别

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.5 氧化锌含量的测定

5.5.1 亚铁氰化钾容量法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

在酸性条件下,以二苯胺为指示液,用亚铁氰化钾标准滴定溶液滴定至溶液由蓝紫色变为黄绿色为终点。



5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.1.2.2 硫酸溶液:1+3。

5.5.1.2.3 氨水溶液:2+3。

5.5.1.2.4 硫酸铵溶液:250 g/L。

5.5.1.2.5 二苯胺指示液:10 g/L;

称取 1.0 g 二苯胺,在搅拌下溶解于 100 mL 浓硫酸中。

5.5.1.2.6 亚铁氰化钾标准滴定溶液: $c[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6] \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.5.1.2.6.1 配制

称取 21.6 g 亚铁氰化钾,0.6 g 铁氰化钾及 0.2 g 无水碳酸钠于 400 mL 的烧杯中,加水溶解后,用水稀释至 1 000 mL,置于棕色瓶中,放置一周后用玻璃砂坩埚(滤板孔径为:5 μm~15 μm)过滤,标定。亚铁氰化钾标准滴定溶液,在夏季每周至少标定一次,冬季每月至少标定一次,溶液中如有沉淀产生时,必须重新过滤,标定。

5.5.1.2.6.2 标定

称取约 1.7 g 于 800 °C 灼烧至质量恒定的基准氧化锌,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,用少许水湿润,加 10 mL 盐酸溶液,加 50 mL 水,搅拌至全部溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,

摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 70 mL 水。滴加氨水溶液至白色胶状沉淀刚好产生,加入 20 mL 硫酸铵溶液及 20 mL 硫酸溶液,加热至 75 °C~80 °C,用亚铁氰化钾标准滴定溶液滴定。近终点时加入 2 滴~3 滴二苯胺指示液。当滴定至溶液的蓝紫色突变至黄绿色,并在 30 s 内不再反复蓝紫色时即为终点,终点时溶液温度不得低于 60 °C。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其它加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

5.5.1.2.6.3 计算

亚铁氰化钾标准滴定溶液浓度的准确数值 c ,单位为摩尔每升(mol/L),按公式(1)计算:

$$c = \frac{m \times 25/250}{(V - V_0)M \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取基准氧化锌质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化锌(3/2 ZnO)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=122.12$)。

标定标准滴定溶液浓度时需由两人同时做三平行。每人三平行测定结果的相对极差与平行均值之比不得大于 0.2%,两人测定结果平均值差不得大于 0.2%。结果取平均值,浓度值取四位有效数字。

5.5.1.3 分析步骤

5.5.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,用少许水湿润,加 10 mL 盐酸溶液,加 50 mL 水,加热至试样全部溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(必要时,用中速定性滤纸进行干过滤,弃去约 50 mL 前滤液,收集滤液)。

5.5.1.3.2 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,以下操作按第(5.5.1.2.6.2)条所述,从“滴加氨水至白色胶状沉淀刚好产生……”开始操作。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其它加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

5.5.1.4 结果计算

氧化锌含量以氧化锌(ZnO)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM_1 \times 10^{-3}}{m \times 20/250} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

氧化锌含量以锌(Zn)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM_2 \times 10^{-3}}{m \times 20/250} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定中消耗亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——亚铁氰化钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为克每摩尔(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——氧化锌(3/2 ZnO)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=122.12$);

M_2 ——锌(3/2 Zn)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=98.12$)。

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少于 0.3%。

5.5.2 EDTA 滴定法

5.5.2.1 方法提要

试样用盐酸溶解后,在 pH≈6 条件下,用二甲酚橙作指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定锌离子,根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的消耗量,确定氧化锌的含量。

5.5.2.2 试剂

5.5.2.2.1 碘化钾。

5.5.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2.3 氨水溶液:1+1。

5.5.2.2.4 氟化钾溶液:200 g/L。

5.5.2.2.5 硫脲饱和溶液。

5.5.2.2.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈6)。

5.5.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.2.8 二甲酚橙指示液:2 g/L。

5.5.2.3 分析步骤

5.5.2.3.1 试验溶液的制备

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,用少许水湿润,加 10 mL 盐酸溶液,加 50 mL 水,加热至试样全部溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(必要时,用中速定性滤纸进行干过滤,弃去约 50 mL 前滤液,收集滤液)。

5.5.2.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,5 mL 氟化钾溶液,2 滴二甲酚橙,摇匀。用氨水溶液调节至红色,加 10 mL 硫脲饱和溶液、20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,4 g 碘化钾,摇匀。用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其它加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

5.5.2.4 结果计算

氧化锌含量以氧化锌(ZnO)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

氧化锌含量以锌(Zn)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM_2 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——氧化锌(ZnO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 81.41$);

M_2 ——锌(Zn)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 65.41$)。

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 铅含量的测定

5.6.1 方法提要

同 GB/T 13080—2004 中的第 3 章。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.02 mg。

用移液管移取 20 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.6.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

5.6.3 仪器、设备

火焰原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿,再加 40 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,加热使其全部溶解。冷却后,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,保留此溶液用于铅含量和镉含量的测定。

5.6.4.2 测定

在一系列 100 mL 容量瓶中,用移液管各移入 25 mL 试验溶液 A,加 1 mL 盐酸溶液,再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、6.00 mL 铅标准溶液,以下按 GB/T 13080—2004 第 7.2 条规定“加水定容至刻度……在波长 283.3 nm 处测其吸光度”进行操作。以铅质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中铅的质量。

5.6.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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应大于 0.000 2 %。

5.7 镉含量的测定

5.7.1 方法提要

同 GB/T 13082—1991 中的第 2 章。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.2 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.001 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

5.7.2.4 其他同 GB/T 13082—1991 中的第 3 章。

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 火焰原子吸收分光光度计:配有镉空心阴极灯。

5.7.3.2 具塞比色管:50 mL。

5.7.3.3 同 GB/T 13082—1991 中的第 4 章。

5.7.4 分析步骤

在一系列 50 mL 具塞比色管中,用移液管准确加入 15 mL 试验溶液 A(5.6.4.1),加 1 mL 盐酸溶液,再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 镉标准溶液,以下按 GB/T 13082—1991 第 6.2

条规定“依次加入 2 mL 碘化钾溶液(3.3)……在波长 228.8 nm 处测其吸光度”进行操作,以镉质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中镉的质量。

5.7.5 结果计算

镉含量以镉(Cd)质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 15/250} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料(5.6.4.1)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应大于 0.000 1%。

5.8 砷含量测定

5.8.1 方法提要

同 GB/T 23947.2—2009 中的第 3 章。

5.8.2 试剂

同 GB/T 23947.2—2009 中的第 6 章。

5.8.3 仪器、设备

同 GB/T 23947.2—2009 中的第 7 章。

5.8.4 分析步骤

称取 1.00 g ± 0.01 g,置于锥形瓶或广口瓶中,用水稀释至约 60 mL。以下操作按 GB/T 23947.2—2009 第 8.2 条规定“加 6 mL 盐酸溶液……”进行测定。溴化汞试纸所呈砷斑颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取 5 mL 砷标准溶液,与试样同时同样处理。

5.9 细度的测定

5.9.1 仪器、设备

5.9.1.1 试验筛:符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列,附有筛底和筛盖。

5.9.1.2 震筛机。

5.9.2 分析步骤

将试验筛按顺序叠好。称取 50 g 试样,精确至 0.1 g,置于试验筛中,盖上筛盖,用震筛机震筛 1 min,称量筛下物的质量,精确至 0.01 g。

5.9.3 结果计算

细度以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——试验筛的筛下物质量的数值,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应大于 0.3%。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目,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氧化锌为一批。每批产品不超过 20 t。

6.3 按 GB/T 6678 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。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间根据生产企业需求确定。

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 饲料级氧化锌包装袋上应有牢固清晰的标志,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、本标准编号,以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的饲料级氧化锌都应附有质量证明书,内容符合 GB 10648 的规定,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、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 饲料级氧化锌采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋采用缝包机缝合,缝合牢固,无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg,也可根据用户要求的规格进行包装。

8.2 饲料级氧化锌在运输过程中,防止雨淋、受热、受潮。禁止与有害、有毒物质及其他污染物品混运。

8.3 饲料级氧化锌贮存于干燥、通风的专用库房内,禁止与有害、有毒物质及其他污染物品混贮,并需下垫垫层,防止受潮。

8.4 饲料级氧化锌在符合本标准规定的包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。

中华人民共和国

化工行业标准

饲料级 氧化锌

HG/T 2792—2011

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 字数16千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1157

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00元

版权所有 违者必究