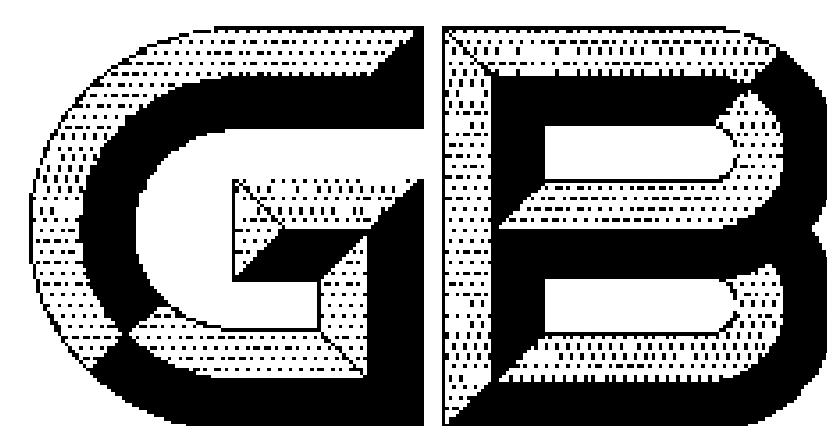




中华人民共和国国家标准

GB 7300.302—2019

饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 亚硒酸钠

Feed additives—Part 3: Minerals and their complexes (or chelates)—
Sodium selenite

2019-12-17 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本部分的第 1 章、第 4 章、第 5 章和第 6 章为强制性的,其余为推荐性的。

GB 7300《饲料添加剂》按产品分为若干部分。

本部分为 GB 7300 的第 302 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本部分起草单位:中海油天津化工研究设计院有限公司。

本部分主要起草人:郭永欣、李贺存、朱刘、李芳、张富强、郭凤鑫、李拓、朱赞芳。

饲料添加剂
第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物
亚硒酸钠

警示——根据 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属于第 6.1 项毒性物质,操作时应小心谨慎。在试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性,如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

1 范围

GB 7300 的本部分规定了饲料添加剂亚硒酸钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标签、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本部分适用于氢氧化钠与亚硒酸反应生成的饲料添加剂亚硒酸钠。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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—2014 饲料中水分的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 10648 饲料标签

GB 12268—2012 危险货物物品名表

GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定

3 化学名称、分子式和相对分子质量

化学名称:亚硒酸钠

分子式: Na_2SeO_3

相对分子质量:172.95(按 2016 年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 外观与性状

本品为白色粉末。

4.2 鉴别

亚硒酸根和钠离子的鉴别应分别呈正反应。

4.3 技术指标

技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项目	指标
亚硒酸钠(Na_2SeO_3 ,以干基计)/%	98.8~101.0
亚硒酸钠(以 Se 计,以干基计)/%	45.1~46.1
干燥失重/% $\leq$	1.0
铅(Pb)/(mg/kg) $\leq$	10
镉(Cd)/(mg/kg) $\leq$	5
砷(As)/(mg/kg) $\leq$	10
汞(Hg)/(mg/kg) $\leq$	0.5
溶解试验	全部溶解,溶液澄清透明

5 试验方法

5.1 一般规定

本部分所用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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.2 感官检验

取适量试样置于白色衬底的表面皿或白瓷板上,在自然光下用目视法观察其色泽和状态。

5.3 鉴别试验

5.3.1 试剂或材料

- 5.3.1.1 硫脲溶液:50 g/L。
- 5.3.1.2 盐酸溶液:1+1。
- 5.3.1.3 铂丝。

5.3.2 试验步骤

5.3.2.1 亚硒酸根的鉴别

取约 0.2 g 试样,加入 5 mL 水溶解,用盐酸溶液调节溶液 pH 值至 2~3(用精密 pH 试纸检验),加 1 滴硫脲溶液,振摇,放置 10 min,即产生红色沉淀。

5.3.2.2 钠离子的鉴别

用铂丝蘸取盐酸溶液,在火焰中燃烧至无色。蘸取试样,在火焰上燃烧,火焰应呈黄色。

5.4 亚硒酸钠含量的测定

5.4.1 原理

在盐酸介质中,亚硒酸钠被硫代硫酸钠还原,近终点时,加入碘化钾与未还原完全的亚硒酸钠发生氧化-还原反应产生游离碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定产生的游离碘,以淀粉为指示剂,根据颜色变化判断反应终点,根据消耗的标准滴定溶液体积计算亚硒酸钠含量。

5.4.2 试剂或材料

- 5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。
- 5.4.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。此溶液现用现配。
- 5.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。
- 5.4.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

5.4.3 试验步骤

平行做两份试验。称取约 1 g 预先在 105 °C±2 °C下烘干至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,加少量水溶解后定量转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 此试验溶液置于 250 mL锥形瓶中,加 40 mL 水、10 mL 盐酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。近终点时(终点前约 0.5 mL 为宜)加入 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液蓝色消失为终点。

同时进行空白试验。空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.4.4 试验数据处理



亚硒酸钠含量以亚硒酸钠(Na_2SeO_3)的质量分数 $w_1(\%)$ 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

亚硒酸钠含量以硒(Se)的质量分数 $w_2(\%)$ 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0)cM_2 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_1 ——滴定试验溶液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 ——滴定空白试验溶液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);
- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_1 ——亚硒酸钠($1/4 \text{ Na}_2\text{SeO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=43.24$);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- M_2 ——硒($1/4 \text{ Se}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=19.74$);
- 10^{-3} ——换算系数;
- 10 ——移取的试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 100 ——试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位。

两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 0.3%。

5.5 干燥失重的测定

平行做两份试验。称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g。按 GB/T 6435—2014 中 8.1 进行测定和计算,结果以干燥失重表示。

5.6 铅含量和镉含量的测定

5.6.1 原理

在酸性介质中,采用标准曲线法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计在相应波长处测定待测元素(铅、镉)含量。

5.6.2 试剂或材料

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含有铅(Pb)0.025 mg;用移液管移取 25 mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液,置于 100 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 镉标准溶液:1 mL 溶液含有镉(Cd)0.01 mg;用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的镉标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.6.2.4 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有铅(Pb)和镉(Cd)空心阴极灯。

5.6.4 试验步骤

5.6.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 待测元素标准溶液,置于 6 个 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,混匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件,以水调零,于表 2 中给出的待测元素测定波长处,测定其标准溶液的吸光度。

表 2 待测元素测定波长

待测元素	铅	镉
测定波长/nm	283.3	228.8

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度,以每个标准溶液中待测元素的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

5.6.4.2 试验

平行做两份试验。称取约 4 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解,加 2 mL 盐酸溶液,低温加热煮沸 10 min,冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

测定试验溶液和空白试验溶液中各待测元素的吸光度,再根据测得的吸光度,分别从标准曲线上查

出相应的待测元素的质量。

5.6.5 试验数据处理

待测元素(铅、镉)的含量以待测元素(Pb、Cd)的质量分数 w_i 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(3)计算:

$$w_i = \frac{(m_1 - m_0) \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (3)$$

- 式中:
- m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量的数值,单位为毫克(mg);
 - m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量的数值,单位为毫克(mg);
 - m ——试料质量的数值,单位为克(g);
 - 1 000 ——换算系数。

取各待测元素平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留两位有效数字。
两次平行测定结果的绝对差值不应大于 1 mg/kg。

5.7 砷含量的测定

平行做两份试验。称取 2.00 g±0.01 g 试样于锥形瓶中,加入 50 mL 水溶解,加入 20 mL 盐酸,微热,小心加入 8 g 盐酸羟胺,加热至溶液澄清,冷却,过滤,洗涤滤纸,滤液定容于 100 mL 容量瓶中。
标准曲线的绘制按 GB/T 13079—2006 中 5.4.2 的规定进行操作。
根据试样中砷含量移取适量上述试验溶液,以下操作按 GB/T 13079—2006 中 5.4.3 的规定进行操作。同时于相同条件下做试剂空白试验。

5.8 汞含量的测定

5.8.1 原理

在酸性介质中,采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在相应波长处测定汞元素,以工作曲线法定量。

5.8.2 试剂或材料

- 5.8.2.1 盐酸:优级纯。
- 5.8.2.2 硝酸:优级纯。
- 5.8.2.3 硝酸溶液:1+10。
- 5.8.2.4 汞标准溶液:1 mL 溶液含有汞(Hg)0.001 mg;用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的汞标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。
- 5.8.2.5 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5.8.4 试验步骤

5.8.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 汞标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪于波长 184.950 nm 处进行测定。以标准溶液

的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的发射强度值为纵坐标,绘制标准曲线。

5.8.4.2 试验

平行做两份试验。称取约 3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 200 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸、5 mL 硝酸溶解试样,低温加热 10 min,冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,按照 5.8.4.1 相同条件测定汞元素的发射强度值。在标准曲线上查出试样溶液中汞元素的质量浓度。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

5.8.5 试验数据处理

汞的含量以汞元素(Hg)的质量分数 w_3 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 100}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——从标准曲线上查出的试验溶液中汞元素的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中汞元素的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

100 ——稀释体积,单位为毫升(mL);

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,结果保留两位有效数字。

两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.2 mg/kg 。

5.9 溶解试验

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于试管中,加入 10 mL 无二氧化碳水后溶解,立即观察。

6 检验规则

6.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批,每批产品不超过 5 t。

6.2 采样

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、干燥的塑料袋中,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。一袋用于检验,另一袋保存备查。

6.3 出厂检验

第 4 章中规定的外观与性状、亚硒酸钠(以 Na_2SeO_3 计)含量、干燥失重、铅、镉、砷、溶解试验为出厂检验项目,应逐批检验。

6.4 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目,在正常生产情况下,每半年至少进行 1 次型式检验。有下

列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 产品定型投产时;
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产 3 个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

6.5.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

6.5.2 检验结果中有任何指标不符合本部分规定时,可自同批产品中重新加倍取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本部分规定,即判定该批产品不合格。

6.5.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中全数值比较法执行。

7 标签、标志、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签和标志

7.1.1 按 GB 10648 要求附具标签。

7.1.2 按 GB 190 中有关“毒性物质”的规定进行标志。

7.2 包装

外包装为铁皮桶,内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋。外包装用钢箍圈将桶身与桶盖扣紧,插销插牢。内包装应采用尼龙绳两次扎紧或用相当的其他方式封口。

7.3 运输

运输过程中应有遮盖物,防止日晒雨淋。小心轻放,不得剧烈振动、撞击造成包装破损、倒置。不得与其他物品混运。

7.4 贮存

应贮存在干燥的库房内,防止日晒、雨淋。不得与其他物品混贮。

7.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的运输、贮存条件下,原包装自生产之日起的保质期为 24 个月。
