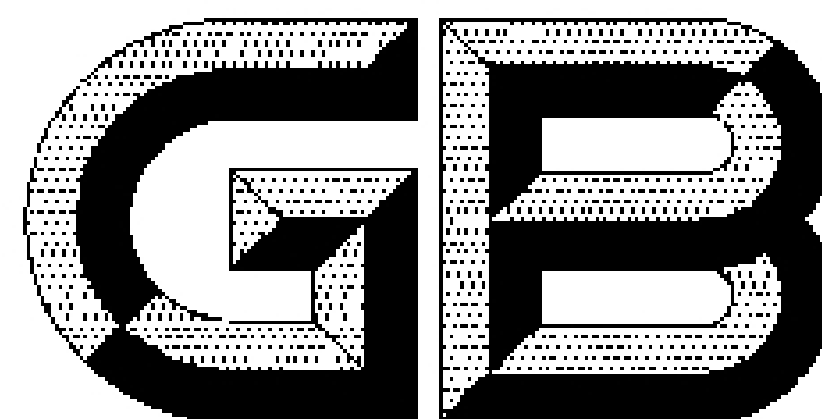




中华人民共和国国家标准

GB 32449—2015

饲料添加剂 硫酸镁

Feed additive—Magnesium sulphate

2015-12-31 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

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:中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、广东省农业科学院畜牧研究所、南风化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人:吕林、罗绪刚、吴维辉、何绮霞、张丽阳、张伶燕、马运龙、陈爱兵、吕红霞。



饲料添加剂 硫酸镁

1 范围

本标准规定了饲料添加剂一水硫酸镁或七水硫酸镁的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于硫酸化学合成法或盐湖苦卤法生产的饲料添加剂一水硫酸镁或七水硫酸镁。

分子式： $\text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $n=1$ 或 $n=7$ 。

相对分子质量：138.38($n=1$), 246.47($n=7$) (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 3051—2000 无机化工产品氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB T 6003.1—2012 金属丝编织网试验筛

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—2006 饲料中总砷的测定

GB/T 13080—2004 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 13081 饲料中汞的测定

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

3 要求

3.1 外观和性状

一水硫酸镁产品为白色(硫酸化学合成法)或灰白色粉末(盐湖苦卤法),七水硫酸镁为无色结晶颗粒,无结块。

3.2 技术指标

饲料添加剂硫酸镁应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	一水硫酸镁 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	七水硫酸镁 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
硫酸镁(MgSO_4)/%	≥ 94.0	≥ 99.0
镁(Mg)/%	≥ 16.5	> 9.7



表 1 (续)

项 目	指 标	
	一水硫酸镁 MgSO ₄ · H ₂ O	七水硫酸镁 MgSO ₄ · 7H ₂ O
总砷(As)/(mg/kg)	≤2	
铅(Pb)/(mg/kg)	≤2	
汞(Hg)/(mg/kg)	≤0.2	
氯化物(以 Cl 计)/%	硫酸化学合成法: ≤0.1 盐湖苦卤法: ≤1.5	硫酸化学合成法: ≤0.1 盐湖苦卤法: ≤1.0
澄清度试验	澄清	
细度(通过 400 μm 试验筛)/%	≥95	—

4 试验方法

警示:试验方法规定的一些过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。
本标准的检验方法所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 感官检验

取适量试样置于干净的白纸上,在自然光下观察其色泽和状态。

4.2 鉴别试验

4.2.1 试剂和材料

- 4.2.1.1 氯化铵溶液:50 g/L。
- 4.2.1.2 氨水溶液:氨水+水=2+3。
- 4.2.1.3 碳酸铵溶液(200 g/L):称取 20 g 碳酸铵,加 20 mL 氨水,加水至 100 mL。
- 4.2.1.4 磷酸二氢钠溶液(50 g/L):称取 5 g 磷酸二氢钠,加适量水溶解后,加水至 100 mL。
- 4.2.1.5 氯化钡溶液(50 g/L):称取 5 g 氯化钡,加适量水溶解后,加水至 100 mL。

4.2.2 分析步骤

4.2.2.1 镁离子的鉴别

将试样溶解于水,加氨水溶液(4.2.1.2),即生成白色沉淀,滴加氯化铵溶液(4.2.1.1),沉淀溶解,再加磷酸二氢钠溶液(4.2.1.4)生成白色沉淀,此沉淀不溶解于氨水。

4.2.2.2 硫酸根离子的鉴别

将试样溶解于水,加氯化钡溶液(4.2.1.5),生成白色沉淀。

4.3 硫酸镁和镁含量的测定

4.3.1 原理

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、铝等离子,加入 pH≈10 的氨-氯化铵缓冲溶液,以铬黑 T 为指示剂,

用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定钙镁总量。

在试验溶液 $\text{pH} \approx 12.5$ 的条件下,以钙试剂羧酸钠盐为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定钙。从钙镁总量中减去钙含量,从而计算出硫酸镁含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氨水溶液:氨水+水=1+2。

4.3.2.2 三乙醇胺溶液:三乙醇胺+水=1+3。

4.3.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 10$):称取 27 g 氯化铵,溶于适量水后,加氨水 197 mL,加水稀释至 500 mL。

4.3.2.4 氢氧化钠溶液:50 g/L。

4.3.2.5 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 规定配制。

4.3.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 规定配制。

4.3.2.7 铬黑 T 指示剂:5 g/L。

4.3.2.8 钙试剂羧酸钠盐指示剂:取钙试剂羧酸钠盐 0.1 g 和在 105 °C 干燥 2 h 的 NaCl 10 g,磨碎混匀。

4.3.3 分析步骤

4.3.3.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 七水硫酸镁或 5 g 一水硫酸镁试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水溶解。全部转移于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。必要时干过滤,此溶液为溶液 A,用于钙镁含量、钙含量、氯化物含量的测定。

4.3.3.2 测定

4.3.3.2.1 钙镁含量的测定

用移液管移取 10 mL 溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液(4.3.2.2),用氨水溶液(4.3.2.1)调 pH 为 7~8,加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.3.2.3)及少量铬黑 T 指示剂(4.3.2.7),用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.3.2.5)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

同时进行空白试验。用移液管移取 10 mL 水,置于 250 mL 锥形瓶中,其他操作及加入试剂的种类和数量均与测定试验相同。

4.3.3.2.2 钙含量测定

用移液管移取 10 mL 溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液(4.3.2.2)。摇动下加入 5 mL 氢氧化钠溶液(4.3.2.4),加少量钙试剂羧酸钠盐指示剂(4.3.2.8),用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.3.2.6)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

同时进行空白试验。用移液管移取 10 mL 水,置于 250 mL 锥形瓶中,其他操作及加入试剂的种类和数量均与测定试验相同。

4.3.4 结果计算与表示

硫酸镁含量 X_1 以一水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)[或以七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)或以镁(Mg)]的质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{25 \times (V_1 - V_{1.0})c_1M_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 - \lambda X_2 = \frac{2.5 \times (V_1 - V_{1.0})c_1M_1}{m} - \lambda X_2 \quad \dots(1)$$

钙含量 X_2 以钙(Ca)的质量分数计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{25 \times (V_2 - V_{2,0})c_2M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{2.5 \times (V_2 - V_{2,0})c_2M_2}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c_1 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.3.2.5)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定试样中钙镁总量消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.3.2.5)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_{1,0}$ ——滴定钙镁总量的空白试验中消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.3.2.5)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.3.2.6)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定试样中钙含量消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.3.2.6)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_{2,0}$ ——滴定钙含量的空白试验中消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.3.2.6)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g);
- M_1 ——硫酸镁产品以一水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)计时,其摩尔质量的数值 $M(\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 138.4$ [或以七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)计时,其摩尔质量的数值 $M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 246.5$;或镁(Mg)计时,其摩尔质量的数值 $M(\text{Mg}) = 24.31$],单位为克每摩尔(g/mol);
- M_2 ——钙(Ca)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 40.08$);
- λ ——硫酸镁产品以一水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)计时,钙的换算系数 $\lambda(\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 3.453$ [或以七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)计时, $\lambda(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 6.150$;或镁(Mg)计时, $\lambda(\text{Mg}) = 0.606\ 5$]。

以两次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以 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 计不大于 0.5%,以 $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 计不大于 0.3%,以 Mg 计不大于 0.05%。

4.4 总磷含量的测定

按 GB/T 13079—2006 中第 5 章测定,其中试样处理按 5.4.1.2.1 进行。

4.5 铅含量的测定

按 GB/T 13080—2004 测定,其中试样溶解按 GB/T 13080—2004 中 7.1.2.1 进行。试样测定需扣除背景。

4.6 汞含量的测定

按 GB/T 13081 测定。

4.7 氯化物(以 Cl 计)含量的测定

4.7.1 原理

同 GB/T 3051—2000 第 3 章。



4.7.2 试剂

4.7.2.1 硝酸汞标准滴定溶液： $c[1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 3051—2000 中 4.6 的规定配制与标定。

4.7.2.2 其余同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

4.7.3 仪器、设备

同 GB/T 3051—2000 第 5 章。

4.7.4 分析步骤

用移液管移取 50 mL 溶液 A(4.3.3.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 3 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液至由蓝色恰变为黄色，再过量 5 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，使用微量滴定管，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色，即为终点。

同时进行空白试验。用移液管移取 50 mL 水，置于 250 mL 锥形瓶中，其他操作及加入试剂的种类和数量均与测定试验相同。

将滴定后的废液保存起来，按 GB/T 3051—2000 附录 D 的规定处理。

4.7.5 结果计算与表示

氯化物含量 X_3 以氯(Cl)的质量分数计，数值以 % 表示，按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{5 \times (V_3 - V_{3,0})c_3M_3 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.5 \times (V_3 - V_{3,0})c_3M_3}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

V_3 ——滴定试验溶液所消耗的硝酸汞标准滴定溶液(4.7.2.1)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$V_{3,0}$ ——滴定空白试验溶液所消耗的硝酸汞标准滴定溶液(4.7.2.1)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_3 ——硝酸汞标准滴定溶液(4.7.2.1)浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M_3 ——氯(Cl)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)；

m ——试样质量的数值，单位为克(g)。

以两次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。

两次测定结果的绝对差值以七水硫酸镁计不大于 0.01%，以一水硫酸镁计不大于 0.1%。

4.8 澄清度试验

称取 $5.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 试样，加 20 mL 水溶解，溶液应清澈透明，无白色浑浊。

4.9 细度的测定

4.9.1 原理

试样经试验筛分，根据通过试验筛的试样质量确定产品粒度。

4.9.2 仪器、设备

试验筛： $\phi 200 \times 50-0.4/0.25$ GB/T 6003.1—2012。

4.9.3 分析步骤

称取 10 g 试样，精确至 0.1 g，放入试验筛中，装上筛盖和筛底进行筛分。按水平方向以 2 次/s 的

速度摇动,直至无试样通过试验筛为止,收集落入筛底的筛下物,称量筛下物的质量,精确至 0.1 g。

4.9.4 结果计算与表示

细度 X_4 以质量分数计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——试验筛下物的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至一位数。

两次平行测定结果的绝对差值不大于 1%。

5 检验规则

5.1 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产品为一批,但每批产品不得超过 60 t。

5.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

5.3 出厂检验

硫酸化学合成法生产的产品检验项目为:镁、总砷、铅。盐湖苦卤法生产的产品检验项目为:镁、总砷、铅、氯化物。

5.4 型式检验

型式检验项目为第 3 章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:

- a) 产品定型时;
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产三个月以上,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。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标签、包装、运输和贮存



6.1 标签

按 GB 10648 执行,并标明生产工艺名称。

6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

6.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质共运。

6.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混储。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,保质期为 12 个月。
