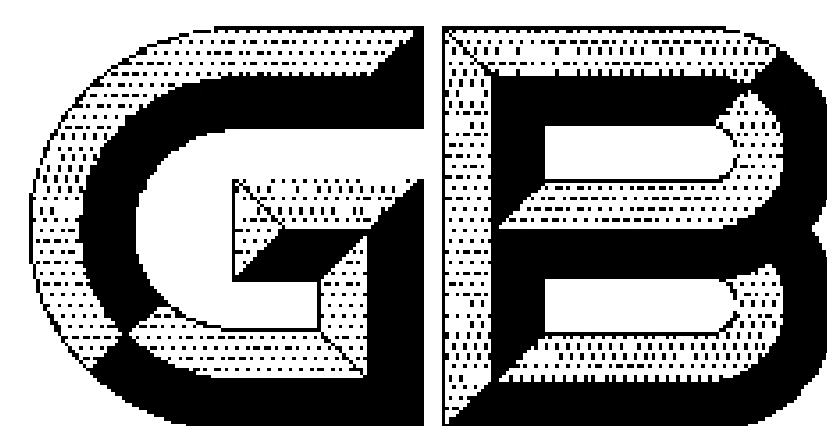




# 中华人民共和国国家标准

GB 34468—2017

## 饲料添加剂 硫酸锰

Feed additive—Manganese sulphate

2017-10-14 发布

2018-05-01 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、中国饲料工业协会、四川成都蜀星饲料有限公司。

本标准主要起草人:吕林、罗绪刚、解竞静、武纯青、粟胜兰、王韶辉、张丽阳、张伶燕。





饲料添加剂 硫酸锰

1 范围

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

本标准适用于以锰矿石为主要原料生产的饲料添加剂一水硫酸锰。

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

相对分子质量：169.01（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 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分：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 13082—91 饲料中镉的测定方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

一水硫酸锰产品为略带粉红色的结晶粉末。

3.2 技术指标

饲料添加剂硫酸锰产品应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

| 项 目                                                 | 指 标         |
|-----------------------------------------------------|-------------|
| 硫酸锰(以 $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 计)/% | $\geq 98.0$ |
| 锰(Mn)/%                                             | $\geq 31.8$ |
| 总砷(As)/(mg/kg)                                      | $\leq 3$    |
| 铅(Pb)/(mg/kg)                                       | $\leq 5$    |
| 镉(Cd)/(mg/kg)                                       | $\leq 10$   |



表 1（续）

| 项 目                 | 指 标  |
|---------------------|------|
| 汞(Hg)/(mg/kg)       | ≤0.2 |
| 水不溶物/%              | ≤0.1 |
| 细度(通过 250 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 硝酸。

4.2.1.2 铋酸钠。

4.2.1.3 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 鉴别方法

4.2.2.1 锰离子的鉴别

取 0.2 g 试样，溶于 50 mL 水中。取 3 滴于点滴板上，加 2 滴硝酸(4.2.1.1)，加少许铋酸钠粉末(4.2.1.2)产生紫红色。

4.2.2.2 硫酸根离子的鉴别

取试样溶液，置于白色瓷板上，加 50 g/L 氯化钡溶液(4.2.1.3)，即有白色沉淀生成，该沉淀不溶于盐酸和硝酸。

4.3 硫酸锰和锰含量的测定

4.3.1 原理

在磷酸介质中，于 220 ℃~240 ℃下用硝酸铵将试样中的二价锰定量氧化成三价锰，以 N-苯代邻氨基苯甲酸作指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 磷酸。

4.3.2.2 硝酸铵。

4.3.2.3 无水碳酸钠。





4.3.2.4 硫酸溶液:硫酸+水=1+4。

4.3.2.5 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液(2 g/L):称取 0.2 g *N*-苯代邻氨基苯甲酸,溶于少量水中,加 0.2 g 无水碳酸钠,50 °C 加热溶解后加水至 100 mL,摇匀。

4.3.2.6 混合酸:于 700 mL 水中徐徐加入 150 mL 硫酸及 150 mL 磷酸,摇匀,冷却。

4.3.2.7 重铬酸钾标准溶液 $[c(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1 \text{ mol/L}]$ :

准确称取在 120 °C 烘至质量恒定的基准级重铬酸钾约 4.9 g,精确至 0.000 1 g,加适量水溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀。

4.3.2.8 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $\{c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}\}$ :

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定应与样品测定同时进行。

配制:称取 40 g 硫酸亚铁铵,加入硫酸溶液(4.3.2.4) 300 mL,溶解后加 700 mL 水,摇匀。

标定:准确移取 25 mL 重铬酸钾标准溶液(4.3.2.7),置于 250 mL 的锥形瓶中,加 10 mL 混合酸(4.3.2.6),加水至 100 mL。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)滴定至橙黄色消失。加入 2 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液(4.3.2.5),继续滴定至溶液显亮绿色即为终点。

同时进行空白试验。用移液管准确移取 25 mL 水,置于 250 mL 的锥形瓶中,其他操作及加入试剂的种类和数量均与滴定上述重铬酸钾标准溶液(4.3.2.7)相同。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度  $c$  按式(1)计算:

$$c = \frac{0.025m}{M \times (V - V_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m$  ——称取重铬酸钾的实际质量,单位为克(g);

$M$  ——重铬酸钾( $\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M=49.03$ );

$V$  ——滴定重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)的体积,单位为升(L);

$V_0$  ——滴定空白溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)的体积,单位为升(L)。

### 4.3.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水润湿。加入 20 mL 磷酸(4.3.2.1),摇匀后加热煮沸,至液面平静并微冒白烟(此时温度为 220 °C~240 °C),移离热源,立即加入 2 g 硝酸铵(4.3.2.2)并充分摇匀,让黄烟逸尽。冷却至约 70 °C 后,加 100 mL 水,充分摇动。使盐类溶解,冷却至室温。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)滴定至浅红色,加入 2 滴 *N*-苯代邻氨基苯甲酸指示液(4.3.2.5),继续滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。

同时,另取 250 mL 的锥形瓶,做空白试验,除不加入试样外,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

硫酸锰的产品的含量  $X_1$  以一水硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )[或以锰(Mn)]的质量分数计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_{1,0})cM_1 \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 = \frac{0.1(V_1 - V_{1,0})cM_1}{m_1} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_1$  ——滴定试样溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)的体积,单位为毫升(mL);

$V_{1,0}$  ——滴定空白溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)的体积,单位为毫升(mL);

$c$  ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.3.2.8)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);



$M_1$  ——一水硫酸锰产品以一水硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )计时,其摩尔质量的数值  $M(\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})=169.0$  [或以锰(Mn)计时,其摩尔质量的数值  $M(\text{Mn})=54.94$ ],单位为克每摩尔(g/mol);

$m_1$  ——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,结果保留至小数点后一位。

两次测定结果的绝对差值以  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  计不大于 0.3%,以 Mn 计不大于 0.1%。

#### 4.4 总砷含量的测定

按 GB/T 13079—2006 中 5 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 镉含量的测定

按 GB 13082—91 测定,其中试样处理按 GB 13082—91 中 6.1 进行。

#### 4.7 汞含量的测定

按 GB/T 13081 测定。

#### 4.8 水不溶物含量的测定

##### 4.8.1 原理

将试样溶于水后,经过滤、洗涤、干燥的残渣即为水不溶物。

##### 4.8.2 试剂和材料

氯化钡溶液:100 g/L。

##### 4.8.3 仪器、设备

玻璃砂芯坩埚:滤板孔径  $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

##### 4.8.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 除去二氧化碳的水溶解。用已于  $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$  下干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚过滤,用热水洗涤至无硫酸根为止(用氯化钡溶液检查),于  $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$  下干燥至质量恒定。

##### 4.8.5 结果计算与表示

水不溶物含量  $X_2$  以质量分数计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m_2$  ——玻璃砂芯坩埚和水不溶物的质量,单位为克(g);

$m_3$  ——玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);



$m_4$ ——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,结果保留至小数点后一位。  
两次测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

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:  $\phi 200 \times 50-0.25/0.16$  GB/T 6003.1—2012。

4.9.3 分析步骤

称取试样约 50 g,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  $X_3$  以通过试验筛的质量分数计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{m_5}{m_6} \times 100$$

.....( 4 )

式中:

$m_5$ ——试验筛下物的质量,单位为克(g);  
 $m_6$ ——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。  
两次测定结果的绝对差值不大于 0.5%。



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

表 1 所列项目中,锰、总砷、铅和镉含量为出厂检验项目。

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。

### 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 24 个月。

---