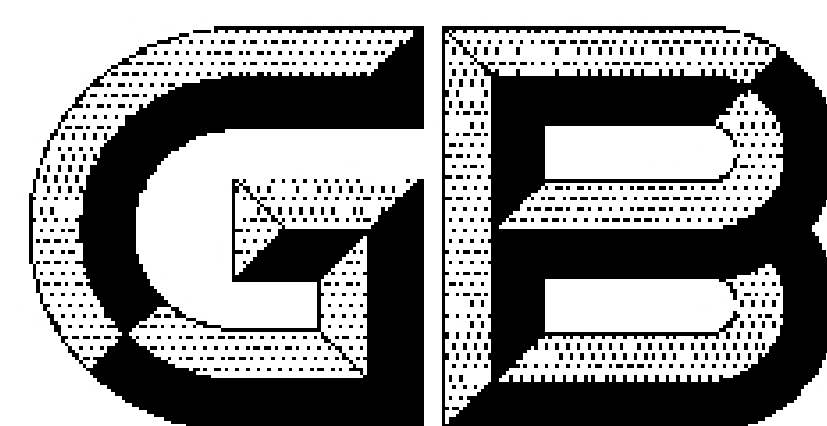




中华人民共和国国家标准

GB 7300.301—2019

饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 碘化钾

Feed additives—Part 3: Minerals and their complexes (or chelates)—
Potassium iodide

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 301 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、成都蜀星饲料有限公司。

本部分主要起草人:李拓、李贺存、王韶辉、张贤文、郭凤鑫、李霞、赵美敬。



饲料添加剂
第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物
碘化钾

1 范围

GB 7300 的本部分规定了饲料添加剂碘化钾的技术要求、试验方法、检验规则、标签、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本部分适用于以碘和氢氧化钾为原料，经甲酸还原法生产的饲料添加剂碘化钾。

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 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 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 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/T 13079—2006 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 23947.2—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第 2 部分：砷斑法

3 化学名称、分子式和相对分子质量

- 化学名称：碘化钾
- 分子式：KI
- 相对分子质量：166.00（按 2016 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 外观与性状

本品为白色结晶颗粒或粉末。

4.2 鉴别

碘离子和钾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
碘化钾(KI,以干基计)/%	≥ 99.0
碘化钾(以 I 计,以干基计)/%	≥ 75.7
干燥失重/%	≤ 1.0
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 8
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 2
砷(As)/(mg/kg)	≤ 2
钡(Ba)/(mg/kg)	≤ 10
碘酸盐	合格
pH 值(100 g/L 溶液)	7.0~9.0
溶解试验	全部溶解,溶液无色澄清透明
细度(通过 800 μm 试验筛)/%	≥ 95

5 试验方法

警示——试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时应小心谨慎,并采取适当安全和防护措施。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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 亚硝酸钠溶液:10 g/L。
- 5.3.1.2 盐酸溶液:1+10。
- 5.3.1.3 淀粉指示液:10 g/L。
- 5.3.1.4 铂丝。

5.3.2 试验步骤

5.3.2.1 碘离子的鉴别

称取约 0.5 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加 5 mL 水溶解,加 1 mL 盐酸溶液,加 1 mL 淀粉指示液,

加入 1 mL 亚硝酸钠溶液,溶液应呈蓝色。

5.3.2.2 钾离子的鉴别

用铂丝蘸取盐酸溶液,在无色火焰中燃烧至无色。蘸取试样,在无色火焰上燃烧,隔钴玻璃透视,火焰应呈紫色。

5.4 碘化钾含量的测定

5.4.1 原理

用水溶解试样,在酸性条件下,用碘酸钾标准滴定溶液滴定,碘化钾与碘酸钾发生氧化还原反应,以苋菜红为指示剂,通过苋菜红色素的还原态到氧化态之间的转化,使溶液由红色变为黄色指示滴定终点。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 盐酸。

5.4.2.2 碘酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{ KIO}_3)\approx 0.3\text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 苋菜红指示液: 2 g/L。称取 0.02 g 苋菜红,溶于 10 mL 水中。

5.4.3 试验步骤

平行做两份试验。称取约 0.5 g 预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加 10 mL 水溶解,加 35 mL 盐酸,用碘酸钾标准滴定溶液进行滴定,当溶液颜色由深棕色变为浅棕黄色,临近终点时加 2 滴~3 滴苋菜红指示液,继续缓慢滴定,当溶液由红色变为黄色即为终点。

5.4.4 试验数据处理

碘化钾含量以碘化钾(KI)的质量分数 $w_1(\%)$ 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM_1/1\ 000}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

碘含量以碘(I)的质量分数 $w_2(\%)$ 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM_2/1\ 000}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V —— 滴定试验溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c —— 碘酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 试料质量的数值,单位为克(g);
- M₁ —— 碘化钾(1/3KI)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M₁ = 55.33);
- M₂ —— 碘(1/3I)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M₂ = 42.30);
- 1 000 —— 换算系数。

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 KI 计不大于 0.2%,以 I 计不大于 0.15%。

5.5 干燥失重的测定

平行做两份试验。按 GB/T 6435—2014 中 8.1 测定和计算,结果以干燥失重表示。

5.6 铅含量的测定

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 20 mL 水溶解,加 2 mL 盐酸溶液,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试样溶液。以下按 GB/T 13080 测定。

5.7 镉含量的测定

5.7.1 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镉元素含量。

5.7.2 试剂或材料

5.7.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.7.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.3 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。

5.7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有镉(Cd)空心阴极灯。

5.7.4 试验步骤

5.7.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 镉标准溶液,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 228.8 nm 波长处,测定标准溶液的吸光度。

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

5.7.4.2 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 20 mL 水溶解,加 2 mL 盐酸溶液,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时同样制备空白试验溶液,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。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件,以水调零,于 228.8 nm 波长处,测定试验溶液和空白试验溶液中镉(Cd)的吸光度。根据测得的吸光度,分别从标准曲线上查出相应的镉(Cd)的质量。

5.7.5 试验数据处理

镉含量以镉(Cd)的质量分数 w_3 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中镉的质量的数值,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。

以两次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大于 0.4 mg/kg。

5.8 砷含量的测定

5.8.1 银盐法(仲裁法)

标准曲线的绘制按 GB/T 13079—2006 中 5.4.2 的规定进行操作。

平行做两份试验。称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于砷化氢发生器中,加少量水溶解,加入 10 mL 盐酸,用水稀释至约 40 mL,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。

5.8.2 砷斑法

平行做两份试验。称取 10.00 g $\pm$ 0.01 g 试样,加适量水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 上述试验溶液,以下操作按 GB/T 23947.2—2009 中 8.2 的规定进行操作。

标准是用移液管移取 2 mL 砷标准溶液,置于测砷装置的锥形瓶中,以下与试样同时同样处理。

5.9 钡含量的测定

5.9.1 原理

试样中的钡与硫酸根离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,使溶液混浊,与标准溶液比较。

5.9.2 试剂或材料

5.9.2.1 95%乙醇。

5.9.2.2 抗坏血酸。

5.9.2.3 硫酸溶液:1+8。

5.9.2.4 钡标准溶液:1 mL 溶液含有钡(Ba)0.01 mg。用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的钡标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.3 仪器设备

比色管:50 mL。

5.9.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 2.00 g $\pm$ 0.01 g 试样,置于比色管中,加 25 mL 水溶解试样,加 5 mL 95%乙醇、0.3 g 抗坏血酸、1 mL 硫酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。所呈浊度不应大于标准。

标准是用移液管移取 2 mL 钡标准溶液,置于比色管中,以下操作与试样同时同样处理。

5.10 碘酸盐的测定

5.10.1 试剂或材料

5.10.1.1 硫酸溶液:1+5。

5.10.1.2 淀粉指示液:5 g/L。

5.10.2 试验步骤

称取 $0.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,溶于 10 mL 已冷却的沸水中,加 2 滴硫酸溶液(1+5)与 0.2 mL 淀粉指示液(5 g/L),避光放置,2 min 内不显蓝色即为合格。

5.11 pH 值的测定

5.11.1 仪器设备

酸度计。

5.11.2 试验步骤

平行做两份试验。称取 $5.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,溶于 50 mL 无二氧化碳的水中,使用酸度计测定其 pH 值。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不大于 0.1。

5.12 溶解试验

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于试管中,加 10 mL 水溶解后立即观察。

5.13 细度的测定

5.13.1 仪器设备

试验筛: $\phi 200 \times 50-0.8/0.45$ GB/T 6003.1—2012。

5.13.2 试验步骤

平行做两份试验。称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于试验筛中进行筛分,将筛下物称量,精确至 0.01 g。

5.13.3 试验数据处理

细度以质量分数 $w_4(\%)$ 计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——筛下物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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。

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

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 1 t。

6.2 采样

按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时将采样器自袋的中心斜插入至料层深度的 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、干燥具塞的广口瓶中,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。一瓶用于检验,另一瓶保存备查。

6.3 出厂检验

第 4 章中规定的外观与性状、碘化钾含量、干燥失重、铅、镉、砷、钡、碘酸盐、pH 值、溶解试验、细度为出厂检验项目,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、标志

按 GB 10648 要求附具标签。

7.2 包装

内包装采用双层高强度聚乙烯袋,外包装为纸箱或纸板桶。

7.3 运输

运输过程中应防潮、防晒,防止包装破损。不得与有毒有害物质混运。

7.4 贮存

应贮存在干燥的库房内,防止日晒、雨淋。不得与有毒有害物质混贮。

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。