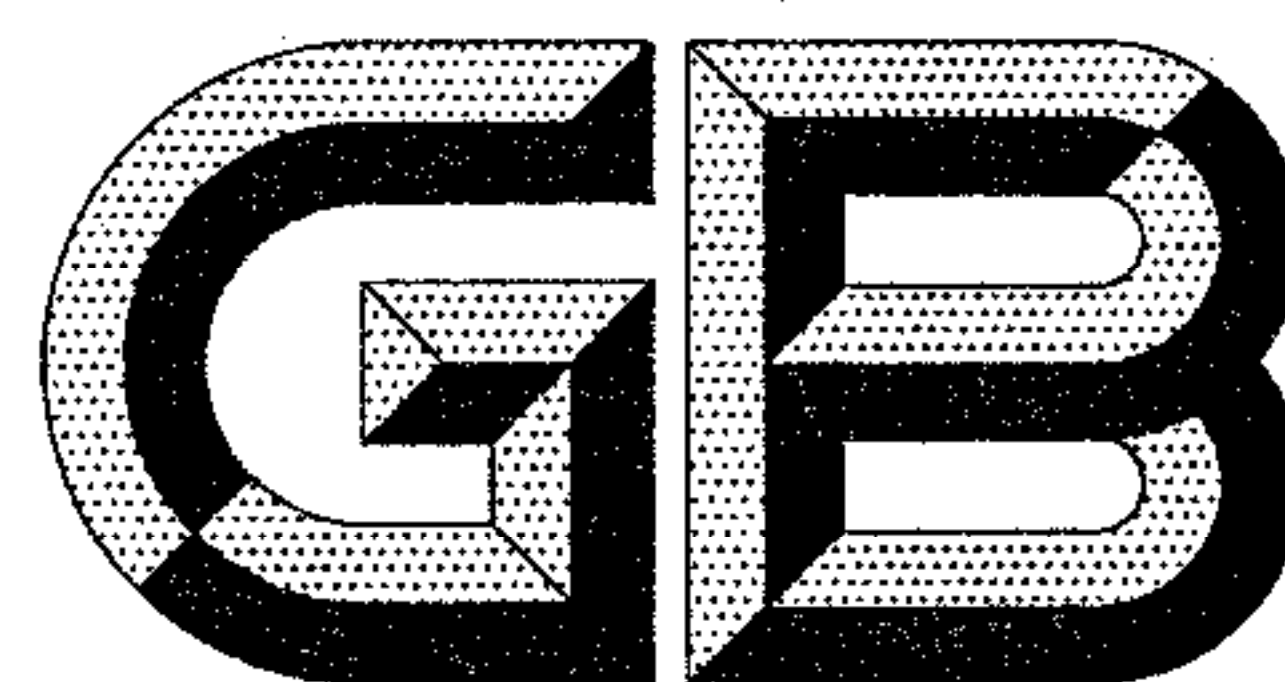




中华人民共和国国家标准

GB/T 21695—2008

饲料级 沸石粉

Feed grade—Zeolite meal

2008-04-09 发布

2008-07-01 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

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准主要起草单位：国家饲料质量监督检验中心(武汉)、华中科技大学。

本标准主要起草人：何一帆、徐锦萍、刘小敏、杨林、杨先奎。

本标准为首次发布。

引 言

鉴于天然沸石含量变化大,用化学方法无法准确测定。但其吸氮量与沸石的含量呈线性关系,所以本标准在鉴别确定沸石的基础上,用测定吸氮量来判定产品中沸石含量的多少。

饲料级 沸石粉

1 范围

本标准规定了饲料级沸石粉的质量要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于饲料级沸石粉。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛 (GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990)
GB/T 6435 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定 (GB/T 6435—2006,ISO 6496:1999,IDT)
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)
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 13081 饲料中汞的测定
GB/T 13082 饲料中镉的测定方法
GB/T 14699.1 饲料 采样 (GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

3 要求

3.1 感官性状

本品为无臭无味,具有矿物本身自然色泽的粉末或颗粒。

3.2 理化指标

饲料级沸石粉的理化指标应符合表 1 要求。

表 1 理化指标

项 目	指 标	
	一级	二级
吸氨量/(mmol/100 g) ≥	100.0	90.0
干燥失重(质量分数)/% ≤	6.0	10.0
砷(As)(质量分数)/% ≤	0.002	
汞(Hg)(质量分数)/% ≤	0.000 1	
铅(Pb)(质量分数)/% ≤	0.002	
镉(Cd)(质量分数)/% ≤	0.001	
细度(通过孔径为 0.9 mm 试验筛)/% ≥	95.0	

4 试验方法

4.1 试剂

以下试剂除特别注明外,均为分析纯,水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1.1 硝酸银。

4.1.2 乙酸溶液:1+9。

4.1.3 硝酸代十六烷基吡啶($C_{21}H_{38}NO_2N \cdot H_2O$)溶液:称取 5.24 g 溴代十六烷基吡啶($C_{21}H_{38}BrN \cdot H_2O$),用 50 mL 乙醇溶解。另取 2.35 g 硝酸银(4.1.1),用少量水溶解,将硝酸银溶液倒入溴代十六烷基吡啶溶液中,边倒边搅拌,静止 10 min,过滤于 100 mL 容量瓶中,用乙醇洗涤,并稀释至刻度,摇匀。

4.1.4 硫化钠溶液:称取 1 g 硫化钠和 2 g 氢氧化钠加水溶解后,稀释至 100 mL。

4.1.5 苦味酸溶液:称取 1 g 苦味酸用热水溶解,稀释至 100 mL。

4.1.6 混合交换剂:称取 1 g 硝酸银(4.1.1)加入 10 mL 乙酸溶液(4.1.2),加入 10 mL 硝酸代十六烷基吡啶(4.1.3)溶液混合后,加水稀释至 100 mL(用时摇匀)。

4.1.7 氯化铵溶液(1.0 mol/L):称取 53.49 g 氯化铵溶液于 400 mL 水中,用水稀释至 1 L。

4.1.8 氯化钾溶液(1.0 mol/L):称取 74.55 g 氯化钾溶液于 400 mL 水中,用水稀释至 1 L。

4.1.9 甲醛溶液(2+1)(体积比):使用前用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液中和至酚酞指示剂呈粉红色。

4.1.10 氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10):称取 20.0 g 氯化铵溶液于 200 mL 水中,加 80 mL 氨水,用水稀释至 1 L。

4.1.11 硝酸银溶液(1 g/L):称取 0.1 g 硝酸银(4.1.1)加水溶解并稀释至 100 mL。

4.1.12 氢氧化钠标准溶液: $c(NaOH)=0.1$ mol/L,按 GB/T 601 配制。

4.2 仪器

4.2.1 分光光度计。

4.2.2 原子吸收分光光度计。

4.3 鉴别试验

取试样约 1 g,用水洗净表面杂质,放入 10 mL 小烧杯中,加入 2 mL~3 mL 混合交换剂(4.1.6),在酒精灯上加热煮沸 1 min~2 min。取出样品用水洗 2 次~3 次,再加 1 mL~2 mL 硫化钠溶液(4.1.4)和 1 滴~2 滴苦味酸溶液(4.1.5),煮沸生成表面变黑者即为沸石。

4.4 感官性状的检验

采用目测及嗅觉检验。

4.5 吸氨量的测定

4.5.1 原理

试样用氯化铵煮沸改型,经水洗涤后,再加氯化钾溶液作用,将交换的铵离子置换出来,然后加入甲醛,被置换出的铵离子和甲醛作用生成盐酸,用标准氢氧化钠溶液滴定,计算其吸氨量。

4.5.2 分析步骤

称取 1.000 g(准确至 0.001 g)试样置于 250 mL 烧杯中,加入 1.0 mol/L 氯化铵溶液(4.1.7) 50 mL 和少许纸浆,在电热板上煮沸并保温 30 min。取下,用慢速滤纸过滤,用煮沸的 1.0 mol/L 氯化铵溶液(4.1.7)洗涤,直至流出的溶液中无钙、镁离子为止(检查方法:在小烧杯中加入几毫升氨-氯化铵缓冲溶液(4.1.10)和 1 滴酸性铬蓝 K 指示剂,承接一些滤液,如溶液不变红色,说明已洗净)。再改用温水洗涤至无氯离子(硝酸银溶液(4.1.11)检查),用水将漏斗尾部冲洗一下,防止少量氯化铵沾污。

漏斗改用清洁的 250 mL 烧杯承接,分三次加入煮沸的 1.0 mol/L 氯化钾溶液(4.1.8) 80 mL。待漏斗中溶液流完后,在烧杯中加入甲醛溶液(4.1.9) 15 mL,以酚酞为指示剂,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液(4.1.12)滴定至红色。再在烧杯中接取一次 1.0 mol/L 氯化钾溶液(4.1.8),如溶液红色 30 s 不褪色,表示终点已到,如红色褪去,则应重复滴定至稳定的红色为止。以三次滴定所消耗的氢氧化钠标准溶液的总体积计算结果。

4.5.3 分析结果的表述

吸氨量 X(以质量分数计,数值以 mmol/100 g 表示)按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液浓度,单位为毫摩尔每升(mmol/L);

V ——消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位。

4.5.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 15 mmol/100 g。

4.6 砷含量

称取试样约 2.000 g(准确至 0.001 g),以下按 GB/T 13079—2006 银盐法执行。

4.7 汞含量

称取试样约 1.000 g(准确至 0.001 g),以下按 GB/T 13081 执行。

4.8 铅含量

称取试样约 2.000 g(准确至 0.001 g),以下按 GB/T 13080 执行。

4.9 镉含量

称取试样约 2.000 g(准确至 0.001 g),以下按 GB/T 13082 执行。

4.10 干燥失重

称取试样约 1.000 g(准确至 0.000 2 g),以下按 GB/T 6435 执行。

4.11 细度

4.11.1 方法提要

用筛分法测定筛下物含量。

4.11.2 仪器、设备

试验筛:符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列的要求, $\phi 200 \text{ mm} \times 500 \text{ mm} / 900 \mu\text{m}$ 。

4.11.3 分析步骤

称取 50 g 试样(准确至 0.1 g)。置于试验筛中进行筛分,将筛下物称量(称准至 0.1 g)。

4.11.4 分析结果的表述

细度 w (以质量分数计,数值以%表示)按式(2)计算:

$$w = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——筛下物的质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.11.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5 检验规则

5.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

5.2 出厂检验

5.2.1 批

以同班、同原料的产品为一批,每批产品进行出厂检验。

5.2.2 出厂检验项目

感官性状、水分、细度、吸氨量。

5.2.3 判定方法

以本标准的有关试验方法 and 要求为依据,对抽取样品按出厂检验项目进行检验。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍抽样进行复检,复检结果如仍有任何一项不符合标准要求,则判定该批产品为不合格产品,不能出厂。

5.3 型式检验

5.3.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 改变配方或生产工艺;
- b) 正常生产每半年或停产半年后恢复生产;
- c) 国家技术监督部门提出要求时。

5.3.2 型式检验项目

为本标准第3章规定的全部项目。

5.3.3 判定方法

以本标准的有关试验方法 and 要求为依据。检验结果如有一项不符合本标准要求时,应加倍抽样复检,复检结果如仍有一项不符合本标准要求时,则判型式检验不合格。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

饲料级沸石粉包装袋上应有牢固清晰的标志,内容按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

饲料级沸石粉采用双层包装。内包装采用两层食品级聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.06 mm。外包装采用聚丙烯塑料编织袋。

6.3 运输

饲料级沸石粉在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,不得与有毒有害物品混运。

6.4 贮存

饲料级沸石粉应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混存。

饲料级沸石粉在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,该产品从生产之日起保质期为 24 个月。
