



中华人民共和国国家标准

GB/T 22546—2008

饲料添加剂 碱式氯化锌

Feed additive—Basic zinc chloride

2008-11-21 发布

2009-02-01 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

本标准的附录 A 和附录 B 是资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：国家饲料质量监督检验中心（武汉）、长沙兴嘉生物工程有限公司、华中科技大学同济医学院。

本标准主要起草人：何一帆、徐锦萍、周长虹、姚亚军、廖阳华、黄逸强、朱年华。

饲料添加剂 碱式氯化锌

1 范围

本标准规定了饲料添加剂碱式氯化锌的质量要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于饲料添加剂碱式氯化锌。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 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 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)

《中华人民共和国药典》2005年版二部

3 分子式、分子质量

3.1 分子式: $\text{Zn}_5\text{Cl}_2(\text{OH})_8 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

3.2 分子质量:551.89(按2007年国际相对原子质量)。

4 要求

4.1 外观

白色细小晶状粉末,无成团结块现象。

4.2 理化指标

饲料添加剂碱式氯化锌的理化指标应符合表1。

表1 理化指标

项 目	指 标
碱式氯化锌 $[\text{Zn}_5\text{Cl}_2(\text{OH})_8 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ (质量分数)/%	≥ 98.0
锌(Zn)(质量分数)/%	≥ 58.06
氯(Cl)(质量分数)/%	12.00~12.86
水溶性氯化物(以Cl计)(质量分数)/%	≤ 0.65
砷(As)(质量分数)/%	≤ 0.0005
铅(Pb)(质量分数)/%	≤ 0.0008
镉(Cd)(质量分数)/%	≤ 0.0005
细度(通过孔径为0.1 mm试验筛)/%	≥ 99.0

5 试验方法

5.1 试剂和溶液

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。

- 5.1.1 盐酸。
- 5.1.2 三氯甲烷。
- 5.1.3 碘化钾。
- 5.1.4 无水碳酸钙。
- 5.1.5 硝酸:1+1。
- 5.1.6 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ 。量取 160.0 mL 盐酸(5.1.1),溶于水中,定容至 1 L。
- 5.1.7 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。量取 500.0 mL 盐酸(5.1.1),溶于水中,定容至 1 L。
- 5.1.8 双硫脲四氯化碳溶液:1 g/L。
- 5.1.9 硝酸银溶液:10 g/L。
- 5.1.10 氟化钾溶液:200 g/L。
- 5.1.11 硫脲饱和溶液。
- 5.1.12 硫酸钠溶液:250 g/L。
- 5.1.13 氨水:1+1。
- 5.1.14 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: $\text{pH} \approx 6$ 。称取乙酸钠 100.0 g,加冰乙酸 5.7 mL 溶于水中,定容至 1 L。
- 5.1.15 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制。
- 5.1.16 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制。
- 5.1.17 二甲酚橙指示液:2 g/L。
- 5.1.18 铬酸钾指示液:100 g/L。

5.2 鉴别试验

5.2.1 红外光谱鉴别和判定

按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录 IV“红外分光光度法”,用溴化钾压片法。试样的红外光吸收图谱参见附录 A。

样品经红外光谱分析,其光谱图上 $3\,400 \text{ cm}^{-1} \sim 3\,500 \text{ cm}^{-1}$ 处出现宽大的氢键伸缩振动吸收峰, $1\,611 \text{ cm}^{-1}$ 处左右有 $\text{Zn}-\text{Cl}$ 键振动吸收峰, 466 cm^{-1} 处左右有 $\text{Zn}-\text{O}$ 键的特征强吸收峰, $700 \text{ cm}^{-1} \sim 1\,000 \text{ cm}^{-1}$ 范围有结晶水的晶格振动引起的吸收峰,依此可判定被测物的化学成分为碱式氯化锌。

5.2.2 X 衍射光谱鉴别

碱式氯化锌的 X 衍射图谱中有 13 个衍射峰,对应的 2θ 值分别为:11.2°、16.6°、22.1°、22.5°、24.9°、28.1°、30.4°、31.0°、32.8°、33.5°、34.5°、36.3°、37.9°。这些衍射峰的相对强度以及对应的 2θ 值与 $\text{Zn}_5(\text{OH})_8\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体的标准 X 衍射图谱相吻合,分别对应 $\text{Zn}_5(\text{OH})_8\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体的(003)、(101)、(104)、(006)、(015)、(110)、(113)、(107)、(021)、(202)、(018)、(116)和(205)晶面。X 衍射光谱图谱参见附录 B。

5.2.3 锌离子的鉴别

称取试样 0.2 g,加 10 mL 盐酸溶液(5.1.6)溶解。加 5 mL 水,用氨水(5.1.13)调节试验溶液的 pH 值至 4~5,加 2 滴硫酸钠溶液(5.1.12),再加数滴双硫脲四氯化碳溶液(5.1.8)和 1 mL 三氯甲烷(5.1.2),振摇后,有机相呈紫红色。

5.2.4 氯离子的鉴别

称取试样 0.1 g,置于白色瓷板上,加少许硝酸(5.1.5)溶解,加硝酸银溶液(5.1.9),即有白色沉淀生成,在硝酸中不溶。

5.3 外观的检验

采用目测及嗅觉检验。

5.4 碱式氯化锌含量的测定

5.4.1 方法提要

试样用少量盐酸溶解,以二甲酚橙为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定锌离子,根据消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,计算出试样中碱式氯化锌含量。

5.4.2 分析步骤

称取试样 0.1 g (精确至 0.000 1 g),置于 150 mL 锥形瓶中,加入 5.0 mL 盐酸溶液(5.1.7)溶解,加入 5 mL 氟化钾溶液(5.1.10),加 3 滴二甲酚橙指示液(5.1.17)并摇匀。用氨水溶液(5.1.13)调节试验溶液恰呈浅棕红色,加 5 mL 硫脲饱和溶液(5.1.11)和 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.1.14)及 1 g 碘化钾(5.1.3)摇匀后,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(5.1.16)滴定至溶液呈亮黄色即为终点。

5.4.3 分析结果的计算和表述

碱式氯化锌 $[\text{Zn}_5\text{Cl}_2(\text{OH})_8 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 含量 w_1 以质量分数表示,数值以%计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{0.110\ 38 \times V \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

碱式氯化锌(以 Zn 计)含量 w_2 以质量分数表示,数值以%计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{0.065\ 39 \times V \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试液时消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.110 38——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})=1.000\ \text{mol/L}]$ 相当的以克表示的碱式氯化锌的质量;

0.065 39——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})=1.000\ \text{mol/L}]$ 相当的以克表示的锌的质量。

计算结果表示至小数点后 2 位。

5.4.4 重复性

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:锌(Zn)不大于 0.30%。

5.5 氯含量的测定

5.5.1 分析步骤

称取在 105 °C 下干燥后的试样 0.20 g (精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(5.1.5),置于电炉上加热溶解,冷却后,移入 50 mL 容量瓶,用水洗至刻度,摇匀。准确量取 15 mL 移入 150 mL 三角烧杯中,加水 15 mL,用 1 mol/L 氢氧化钠调节溶液 pH 至 7~8,滴定前加入 0.1 g 无水碳酸钙(5.1.4),加 1 mL 铬酸钾指示液(5.1.18),用硝酸银标准滴定溶液(5.1.15)滴定,溶液呈砖红色,且 1 min 内不褪色为终点。同时做空白试验。

5.5.2 分析结果的计算和表述

氯含量 w_3 以质量分数表示,数值以%计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0) \times c \times 50 \times 0.035\ 5}{m \times 15} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c ——硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试液时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.035 5——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的氯的质量。

计算结果表示至小数点后 2 位。

5.5.3 重复性

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:氯(Cl)不大于 0.20%。

5.6 水溶性氯化物含量的测定

5.6.1 分析步骤

称取在 105 ℃ 下干燥后的试样 2.0 g(精确至 0.001 g),置于 100 mL 高型烧杯中,准确量取水 50 mL,加入并搅拌 15 min,放置 20 min,量取上清液 10 mL,移入 100 mL 三角烧杯中,加水 15 mL,加 1 mL 铬酸钾指示液(5.1.18),用硝酸银标准滴定溶液(5.1.15)滴定,溶液呈砖红色,且 1 min 内不褪色为终点。同时做空白试验。

5.6.2 分析结果的计算和表述

水溶性氯化物含量(以 Cl 计) w_4 以质量分数表示,数值以%计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V - V_0) \times c \times 50 \times 0.035 5}{m \times 10} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试液时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.035 5——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的氯的质量。

计算结果表示至小数点后 2 位。

5.6.3 重复性

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:氯(Cl)不大于 0.05%。

5.7 砷含量的测定

分析步骤:称取试样 1.0 g(精确至 0.001 g),加入 10 mL 水和 15 mL 盐酸溶液(5.1.7),使试样溶解。以下按 GB/T 13079 执行。

5.8 铅含量的测定

分析步骤:称取试样 10.0 g(精确至 0.001 g),加入 10 mL 水和 15 mL 硝酸溶液(5.1.5),使试样溶解。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB/T 13080 执行。

5.9 镉含量的测定

分析步骤:称取试样 10.0 g(精确至 0.001 g),加入 10 mL 水和 15 mL 硝酸溶液(5.1.5),使试样溶解。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB/T 13082 执行。

5.10 细度的测定

5.10.1 分析步骤

称取试样 50 g(精确至 0.1 g),置于试验筛中进行筛分,称量筛下物(精确至 0.1 g)。

5.10.2 分析结果的计算和表述

细度 w_5 以质量分数表示,数值以%计,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——筛下物的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

5.10.3 重复性

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0.1%。

6 检验规则

6.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

6.2 出厂检验

6.2.1 批

以同班、同原料产品为一批,每批产品进行出厂检验。

6.2.2 出厂检验项目

外观、细度、水溶性氯化物、锌含量。

6.2.3 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,应重新自两倍量的包装单元中取样进行复检,复检结果如仍有任何一项不符合本标准要求,则判定该批产品为不合格产品,不能出厂。

6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一,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。

6.3.2 型式检验项目:第4章规定的全部项目。

6.3.3 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。

7 标签、包装、运输和贮存

7.1 标签

饲料添加剂碱式氯化锌包装袋上应有牢固清晰的标志,内容按 GB 10648 的规定执行。

7.2 包装

饲料添加剂碱式氯化锌采用多层 PVC 材料复合纸袋包装。

7.3 运输

饲料添加剂碱式氯化锌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。

7.4 贮存

饲料添加剂碱式氯化锌应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混存。

饲料添加剂碱式氯化锌在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,从生产之日起保质期为12个月。

附录 A
(资料性附录)
碱式氯化锌的红外光谱图

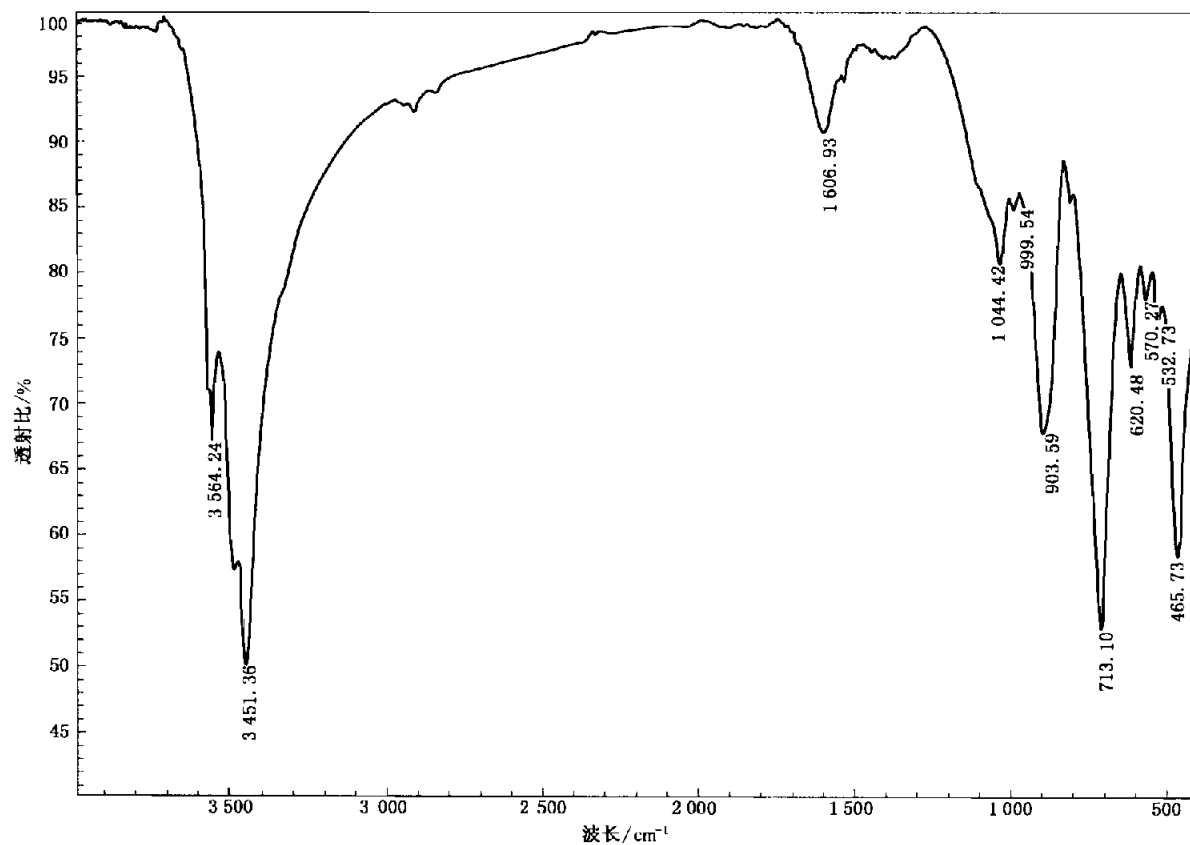


图 A.1 碱式氯化锌的红外光谱图

附录 B
(资料性附录)

碱式氯化锌的 X 衍射光谱图

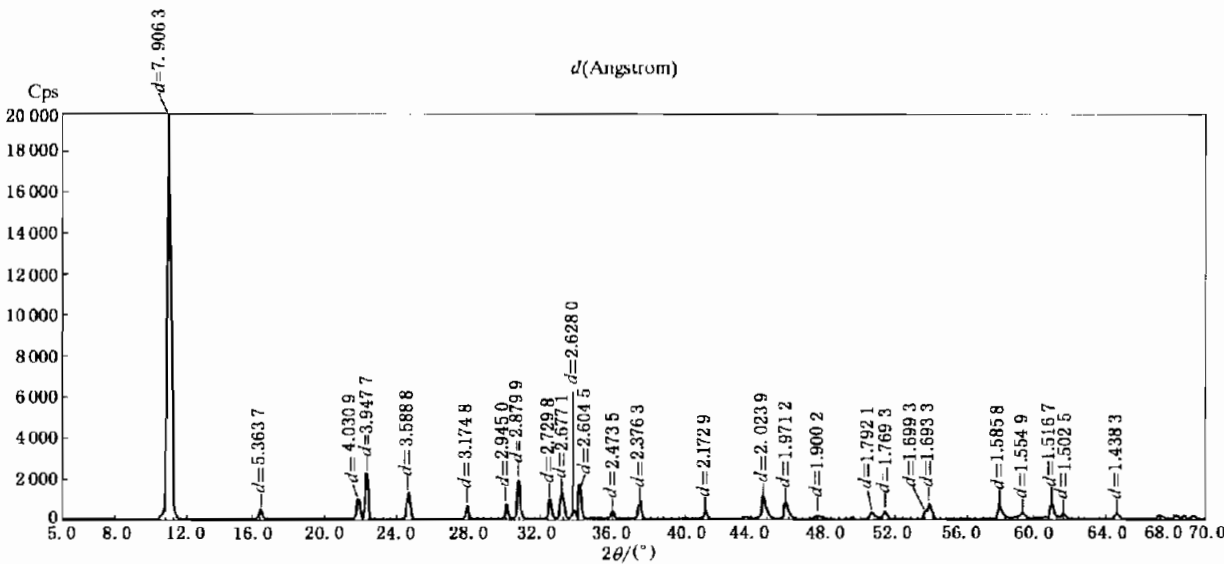


图 B.1 碱式氯化锌的 X 衍射光谱图