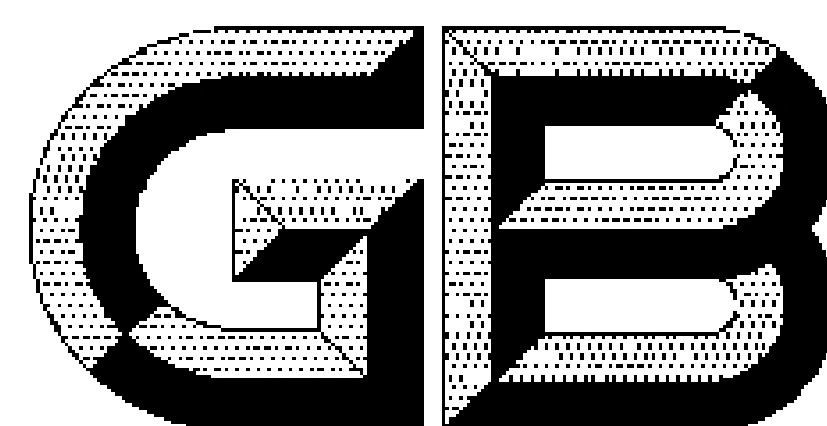




中华人民共和国国家标准

GB 34462—2017

饲料添加剂 氯化胆碱

Feed additive—Choline chloride

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 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:上海市兽药饲料检测所、山东省化工研究院、恩贝集团有限公司。

本标准主要起草人:黄士新、曹莹、华贤辉、闵钰婷、于朋玲、郝常明、邱娟、朱翠云、张瑞瑞、陆淳。

饲料添加剂 氯化胆碱

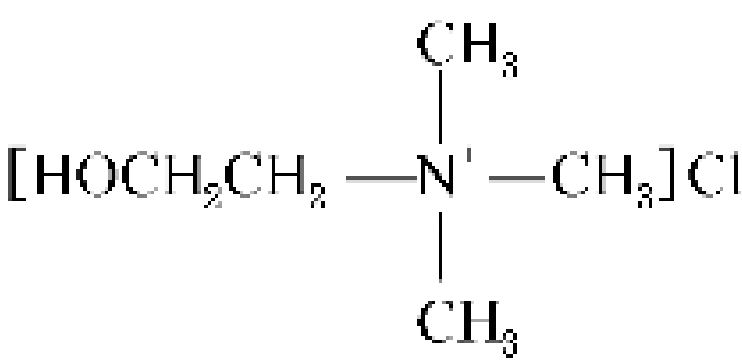
1 范围

本标准规定了饲料添加剂氯化胆碱的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以三甲胺盐酸盐水溶液与环氧乙烷反应生成的氯化胆碱水剂和以氯化胆碱水剂为原料加入载体制成的氯化胆碱粉剂。载体种类包括二氧化硅、植物源性载体以及植物源性载体为主添加抗结块剂的混合载体；载体和抗结块剂应符合《饲料原料目录》《饲料添加剂品种目录》以及《饲料卫生标准》的规定。

化学名称：氯化 2-羟乙基三甲铵

结构式：



分子式：C₅H₁₄NCLO

相对分子质量：139.63(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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

氯化胆碱水剂为无色透明的黏性液体，具特异臭味。

氯化胆碱粉剂为白色(载体为二氧化硅)或黄褐色干燥的流动性粉末或颗粒，具有吸湿性，稍有特异臭味。

3.2 技术指标

应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标					
	水 剂		粉剂(植物源性载体或植物源性载体为主的混合载体)			粉剂 (二氧化硅)
	70 %	75 %	50 %	60 %	70 %	50 %
氯化胆碱 ^a (以 C ₅ H ₁₄ NClO 计)/ %	≥70.0	≥75.0	≥50.0	≥60.0	≥70.0	≥50.0
pH	6.0~8.0	6.0~8.0	—	—	—	—
乙二醇/ %	≤0.50	≤0.50	—	—	—	—
总游离胺/氨[以(CH ₃) ₅ N 计]/ %	≤0.03	≤0.03	≤0.03	≤0.03	≤0.03	≤0.03
灼烧残渣/ %	≤0.20	≤0.20	—	—	—	—
干燥失重/ %	—	—	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤18.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤20	≤20	≤20	≤20	≤20	≤20
总砷(As)/(mg/kg)	—	—	≤2	≤2	≤2	≤2
细度(850 μm 筛)(过筛率)/ %	—	—	≥90	≥90	≥90	≥90
注：表中 % 均为质量分数。						
^a 粉剂(植物源性载体或植物源性载体为主的混合载体)氯化胆碱含量以干基计。						

4 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。本标准所使用的标准滴定溶液、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。

4.1 仪器设备

- 4.1.1 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g 各一台。
- 4.1.2 水浴锅。
- 4.1.3 振荡器。
- 4.1.4 离子色谱仪:具弱酸型阳离子交换柱和带有连续自动再生膜阳离子抑制器的电导检测器。
- 4.1.5 玻璃砂芯坩埚:滤板孔径 4 μm~7 μm。
- 4.1.6 电热干燥箱:可控制温度在(105±2)℃。
- 4.1.7 马福炉。
- 4.1.8 试验筛:筛孔直径 850 μm。

4.2 感官检验

水剂试样取适量置于清洁、干燥的烧杯中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其味。粉剂试样取适量置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其味。

4.3 鉴别

4.3.1 试剂与溶液

- 4.3.1.1 硝酸。

- 4.3.1.2 硫酸。
- 4.3.1.3 甲醇。
- 4.3.1.4 氨水。
- 4.3.1.5 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)。
- 4.3.1.6 高锰酸钾。
- 4.3.1.7 碘化钾。
- 4.3.1.8 二氯化汞。
- 4.3.1.9 氢氧化钾。
- 4.3.1.10 硝酸银。
- 4.3.1.11 红色石蕊试纸。
- 4.3.1.12 淀粉-碘化钾试纸。
- 4.3.1.13 硝酸溶液:取 10 mL 硝酸(4.3.1.1),加 100 mL 水,摇匀。
- 4.3.1.14 硫酸溶液:取 6 mL 硫酸(4.3.1.2),加入到 100 mL 水中,摇匀。
- 4.3.1.15 氨水溶液:取氨水(4.3.1.4)10 mL,加水至 100 mL,摇匀。
- 4.3.1.16 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)甲醇溶液:称取 2 g 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)(4.3.1.5),溶于 100 mL 甲醇(4.3.1.3),过滤;有效期为 48 h。
- 4.3.1.17 碘化汞钾溶液:称取 1.36 g 二氯化汞(4.3.1.8),加 60 mL 水溶解,另取 5 g 碘化钾(4.3.1.7)加 10 mL 水溶解,将两种溶液混合,加水稀释至 100 mL。
- 4.3.1.18 硝酸银溶液:取硝酸银(4.3.1.10)1.7 g,加水溶解使成 100 mL,摇匀。

4.3.2 鉴别反应

4.3.2.1 水剂鉴别方法

- 4.3.2.1.1 称取试样 0.5 g(精确至 0.1 mg),加 50 mL 水溶解,取其 5 mL,加 3 mL 雷氏盐甲醇溶液(4.3.1.16),产生粉红色沉淀。
- 4.3.2.1.2 称取试样 0.5 g(精确至 0.1 mg),加 10 mL 水溶解,取其 5 mL,加 2 滴碘化汞钾溶液(4.3.1.17),产生浅黄色沉淀。
- 4.3.2.1.3 称取试样 0.5 g(精确至 0.1 mg),加 5 mL 水溶解,取其 5 mL,加 2 g 氢氧化钾(4.3.1.9)、数粒高锰酸钾(4.3.1.6),加热时放出氨能使润湿的红色石蕊试纸(4.3.1.11)变蓝。
- 4.3.2.1.4 称取试样 1.0 g(精确至 0.1 mg),加 10 mL 水溶解,加氨水溶液(4.3.1.15)使成碱性,分成两份。一份加硝酸溶液(4.3.1.13)使成酸性,加硝酸银溶液(4.3.1.18)产生白色凝乳状沉淀,分离出的沉淀能在氨水溶液(4.3.1.15)中溶解,再加硝酸溶液(4.3.1.13),沉淀又生成;另一份中加硫酸溶液(4.3.1.14)使成酸性,加入高锰酸钾(4.3.1.6)数粒,加热放出氯气使润湿的淀粉-碘化钾试纸(4.3.1.12)显蓝色。

4.3.2.2 粉剂鉴别方法

称取试样 2 g(精确至 0.1 mg),加 20 mL 水溶解,过滤,弃去滤渣。其他按 4.3.2.1 的规定进行。

4.4 氯化胆碱含量

4.4.1 试剂与溶液

- 4.4.1.1 盐酸。
- 4.4.1.2 乙醇。
- 4.4.1.3 氢氧化钠。

4.4.1.4 甲基磺酸:含量 $\geq 99.5\%$ 。

4.4.1.5 氯化胆碱对照品:含量 $\geq 98.0\%$ 。

4.4.1.6 甲基红。

4.4.1.7 亚甲基蓝。

4.4.1.8 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)。

4.4.1.9 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠(4.4.1.3)40 g,加水溶解使成 100 mL,摇匀。

4.4.1.10 甲基磺酸溶液:取甲基磺酸(4.4.1.4)适量,加水溶解稀释成 18 mmol/L 溶液,摇匀。

4.4.1.11 氯化胆碱对照品贮备液:称取 0.1 g 已在 105 °C 干燥 2 h 的氯化胆碱对照品(4.4.1.5)置于 100 mL 量瓶中,加水溶解,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液浓度约为 1 mg/mL,2 °C~8 °C 保存,有效期三个月。

4.4.1.12 氯化胆碱系列标准工作溶液:量取氯化胆碱对照品贮备液(4.4.1.11)适量,用水稀释成浓度范围为 2 $\mu\text{g/mL}$ ~30 $\mu\text{g/mL}$ 的工作液系列。

4.4.1.13 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:取甲基红(4.4.1.6)0.2 g,加乙醇(4.4.1.2)溶解并稀释至 100 mL;另取亚甲基蓝(4.4.1.7)0.1 g,加乙醇(4.4.1.2)溶解并稀释至 100 mL;临用前取二者等量混合,摇匀。

4.4.1.14 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)甲醇溶液:称取 2 g 雷氏盐(二氨基四硫代氰酸铬铵)(4.3.1.5),溶于 100 mL 甲醇(4.3.1.3),过滤;有效期为 48 h。

4.4.2 含量测定

4.4.2.1 离子色谱法(仲裁法)

4.4.2.1.1 原理

通过离子交换色谱柱将试样溶液中的氯化胆碱与其他阳离子分离,用抑制型电导检测器检测,外标法定量。

4.4.2.1.2 色谱分析条件

4.4.2.1.2.1 色谱柱:羧基/膦酸基弱酸型阳离子交换柱,粒径 8.5 μm ,如 IonPac CS12A 250 mm $\times$ 4 mm(带 IonPac AG12A 保护柱 50 mm $\times$ 4 mm)或性能相当的离子色谱柱。

4.4.2.1.2.2 流动相:甲基磺酸溶液,18 mmol/L。

4.4.2.1.2.3 流速:1.0 mL/min。

4.4.2.1.2.4 柱温:30 °C。

4.4.2.1.2.5 抑制器:连续电化学自动再生膜阳离子抑制器,或性能相当膜型阳离子抑制器。

4.4.2.1.2.6 检测器:电导检测器。

4.4.2.1.2.7 进样体积:25 μL (可根据试样中被测离子含量进行调整)。

4.4.2.1.3 分析步骤

4.4.2.1.3.1 水剂的测定

称取试样 0.7 g(精确至 0.1 mg),置于 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 1.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.1.3.2 粉剂的测定

称取经 105 °C 干燥 2 h 的试样 1.0 g(精确至 0.1 mg),置于 250 mL 量瓶中,加约 200 mL 水,摇匀,在(70 $\pm$ 3)°C 水浴上加热 15 min,振荡 10 min,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀后,用干燥的滤纸和

漏斗过滤。移取滤液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.1.3.3 氯化胆碱系列标准工作溶液的测定

取氯化胆碱系列标准工作溶液(4.4.1.12)上机测定,平行测定的算术平均值为峰面积测定结果,以工作液浓度与峰面积平均值绘制标准曲线。

4.4.2.1.4 结果计算与表示

4.4.2.1.4.1 结果计算

氯化胆碱含量 X_1 (以质量分数计,数值以%表示)按式(1)计算:



$$X_1 = \frac{C \times V_1 \times V_3 \times 10^{-6}}{m \times V_2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- C ——根据标准曲线计算所得试样溶液中氯化胆碱的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - V_1 ——试样定容的体积,单位为毫升(mL);
 - V_2 ——试样溶液移取的体积,单位为毫升(mL);
 - V_3 ——试样溶液最终定容的体积,单位为毫升(mL);
 - m ——试样质量,单位为克(g)。

4.4.2.1.4.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示到小数点后一位。

4.4.2.1.5 重复性

两次平行测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 4.0%。

4.4.2.2 雷氏盐重量法

4.4.2.2.1 原理

试样溶液中氯化胆碱与二氨基四硫代氰酸铬铵(雷氏盐)反应,形成晶状沉淀,用重量法测定氯化胆碱含量。

4.4.2.2.2 分析步骤

4.4.2.2.2.1 水剂的测定

称取试样 0.7 g(精确至 0.1 mg),置于 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取该溶液 10.00 mL 于 100 mL 烧杯中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液(4.4.1.9),再加 1 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(4.4.1.13),用盐酸(4.4.1.1)调至紫红色($\text{pH } 5\sim 6$),于冰水浴中冷却至 5℃以下,继续保持在冰水浴中,在搅拌下,缓慢滴加 15 mL 雷氏盐甲醇溶液(4.4.1.14),继续搅拌反应 30 min,再静置陈化 30 min。将沉淀转移到预先已于 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚中,减压抽滤,用水洗涤沉淀 3 次~4 次,每次用水约 10 mL。将装有沉淀的玻璃砂芯坩埚移入 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 电热干燥箱内,干燥 2 h,取出,于干燥器内冷却至室温,称量(沉淀质量应在 0.1 g~0.2 g,可适当调整取样量)。

在测定的同时,做空白试验。

4.4.2.2.2.2 粉剂的测定

称取经 105℃干燥 2 h 的试样 1.0 g(精确至 0.1 mg),置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加水 70 mL,摇

匀,在约 70 ℃ 水浴上加热 15 min,振荡 10 min,将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用干燥的滤纸和漏斗过滤,弃去初滤液,移取续滤液 25.00 mL,于 100 mL 烧杯中,加 3 mL 氢氧化钠溶液(4.4.1.9),盖上表面皿,在电炉上加热微沸 5 min,冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 1 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(4.4.1.13),以下按 4.4.2.2.1 的规定进行。

4.4.2.2.3 结果计算与表示

4.4.2.2.3.1 结果计算

氯化胆碱含量 X_2 (以质量分数计,数值以 % 表示)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \times n \times 0.330\ 45}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——沉淀质量,单位为克(g);

m_1 ——空白试验的沉淀质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.330 45 ——氯化胆碱摩尔质量与雷氏盐-氯化胆碱沉淀产物摩尔质量的比值;

n ——试样的稀释倍数。

4.4.2.2.3.2 结果表示



取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示到小数点后一位。

4.4.2.2.4 重复性

水剂平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%,粉剂平行测定结果的绝对差值不大于 0.8%。

4.5 pH

取试样约 50 mL 直接测定,测定方法按 GB/T 9724 的规定执行。

4.6 乙二醇含量

4.6.1 试剂与溶液

4.6.1.1 硫酸。

4.6.1.2 高碘酸钠。

4.6.1.3 高碘酸钾。

4.6.1.4 碘化钾。

4.6.1.5 可溶性淀粉。

4.6.1.6 硫代硫酸钠。

4.6.1.7 硫酸溶液:取 1 mL 硫酸(4.6.1.1),加入到 20 mL 水中,摇匀。

4.6.1.8 高碘酸钠溶液:取高碘酸钠(4.6.1.2)4 g,加水溶解使成 1 000 mL,摇匀。

4.6.1.9 高碘酸钾溶液:取高碘酸钾(4.6.1.3)4 g,加水溶解使成 1 000 mL,摇匀。

4.6.1.10 淀粉指示液:取可溶性淀粉(4.6.1.5)0.5 g,加水少许使溶解,缓缓倾入 100 mL 沸水中,随加随搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上层清液,即得。本溶液应临用新配。

4.6.1.11 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

4.6.2 测定

4.6.2.1 原理

高碘酸盐将乙二醇氧化,生成的碘酸盐及过量的高碘酸盐与碘化钾反应,释放出碘。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定碘,乙二醇含量由空白试验和试样试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的差值求得。

4.6.2.2 分析步骤

称取试样 4.5 g(精确到 0.1 mg。若试样中乙二醇含量低,可酌情增加),置于 250 mL 碘量瓶中,加 25.00 mL 高碘酸钠(4.6.1.8)或高碘酸钾(4.6.1.9)溶液,加 25 mL 硫酸溶液(4.6.1.7),于暗处室温放置 30 min。加 50 mL 水,2 g 碘化钾(4.6.1.4),摇匀,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.6.1.11)滴定至溶液呈浅黄色,加入 1 mL 淀粉指示液(4.6.1.10),继续滴定至溶液无色为终点。

在测定的同时,做空白试验。

4.6.3 结果计算与表示

4.6.3.1 结果计算

乙二醇含量 X_3 (以质量分数计,数值以%表示)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.6.1.11)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.6.1.11)的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

M ——乙二醇的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=31.04$)。

4.6.3.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示到小数点后两位。

4.6.4 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。



4.7 总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量

4.7.1 试剂与溶液

4.7.1.1 盐酸。

4.7.1.2 硫酸。

4.7.1.3 乙醇。

4.7.1.4 硼酸。

4.7.1.5 氢氧化钠。

4.7.1.6 甲基红。

4.7.1.7 溴甲酚绿。

4.7.1.8 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

4.7.1.9 硫酸标准滴定溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.005\text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

4.7.1.10 硼酸溶液：取硼酸(4.7.1.4)10 g，加水溶解并稀释至 1 000 mL，摇匀。

4.7.1.11 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠(4.7.1.5)40 g，加水溶解使成 100 mL，摇匀。

4.7.1.12 甲基红-溴甲酚绿混合指示液：取甲基红(4.7.1.6)0.2 g，加乙醇(4.7.1.3)溶解并稀释成 100 mL；取溴甲酚绿(4.7.1.7)0.1 g，加乙醇(4.7.1.3)溶解并稀释成 100 mL；将二者混合，摇匀，即得。

4.7.2 测定

4.7.2.1 原理

用过量的硼酸溶液吸收试样中游离铵盐、三甲胺等经碱化蒸馏后逸出的氨，以甲基红-溴甲酚绿混合指示液为指示剂，盐酸或者硫酸标准滴定溶液反滴定，计算总游离胺/氨的含量。

4.7.2.2 分析步骤



称取约 10 g~20 g 试样(精确至 0.01 g，总游离胺/氨的量为 10 mg~20 mg)，置凯氏蒸馏瓶中，加水 100 mL，摇匀。取 50 mL 硼酸溶液(4.7.1.10)，置于接收瓶中，加入 10 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示液(4.7.1.12)，并使冷凝管的下端插入液面之下，加 10 mL 氢氧化钠溶液(4.7.1.11)于凯氏蒸馏瓶中，导入水蒸气加热，当馏出液收集至约 100 mL 时，移出冷凝管，继续加热 1 min~2 min，移去热源，用水冲洗冷凝管，收集洗涤液，用盐酸标准滴定溶液(4.7.1.8)或者硫酸标准滴定溶液(4.7.1.9)滴定至终点。

在测定的同时，做空白试验。

4.7.3 结果计算与表示

4.7.3.1 结果计算

总游离胺/氨含量 X_4 (以质量分数计，数值以 % 表示)按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液(4.7.1.8)或者硫酸标准滴定溶液(4.7.1.9)的体积，单位为毫升(mL)；

V ——试样消耗盐酸标准滴定溶液(4.7.1.8)或者硫酸标准滴定溶液(4.7.1.9)的体积，单位为毫升(mL)；

c ——盐酸标准滴定溶液(4.7.1.8)或者硫酸标准滴定溶液(4.7.1.9)准确浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样质量，单位为克(g)；

M ——三甲胺的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=59.1$)。

4.7.3.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示到小数点后两位。

4.7.4 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

4.8 灼烧残渣

4.8.1 试剂与溶液

4.8.1.1 盐酸。

4.8.1.2 硫酸。

4.8.1.3 盐酸溶液：取 50 mL 盐酸(4.8.1.1)，加 50 mL 水，摇匀。

4.8.2 分析步骤

用盐酸溶液(4.8.1.3)浸泡瓷坩埚 24 h，洗净烘干。

称取试样 2 g(精确至 0.1 mg)，置于已在(800±25)℃灼烧至恒重的瓷坩埚中，在电炉上缓缓加热至无烟，冷却后，加 0.5 mL 硫酸(4.8.1.2)，继续加热至试样全部炭化，然后将瓷坩埚移入马福炉中，在(800±25)℃下灼烧 1 h，取出，在空气中冷却 1 min，置于干燥器内冷却至室温，称量，再灼烧 30 min，至恒重后称量。

4.8.3 结果计算与表示

4.8.3.1 结果计算

灼烧残渣 X_5 (以质量分数计，数值以%表示)按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{m_3}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_3 ——残渣质量，单位为克(g)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

4.8.3.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示到小数点后两位。

4.8.4 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.9 干燥失重

4.9.1 分析步骤

称取试样 4 g(精确至 0.1 mg)，置于干燥至恒重的称量瓶中在 105℃±2℃电热干燥箱中干燥 2 h，取出，置于干燥器内冷却至室温，称量。

4.9.2 结果计算与表示

4.9.2.1 结果计算

干燥失重 X_6 (以质量分数计，数值以%表示)按式(6)计算：

$$X_6 = \frac{m - m_4}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_4 ——干燥后的试样质量，单位为克(g)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

4.9.2.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。结果表示到小数点后一位。

4.9.3 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.10 总砷

按照 GB/T 13079 中规定的方法测定。

4.11 重金属

4.11.1 试剂与溶液

4.11.1.1 盐酸。

4.11.1.2 硝酸。

4.11.1.3 硫酸。

4.11.1.4 乙酸。

4.11.1.5 氨水。

4.11.1.6 硫化钠。

4.11.1.7 乙酸钠。

4.11.1.8 硝酸铅。

4.11.1.9 酚酞。

4.11.1.10 盐酸溶液：取盐酸(4.11.1.1)5 mL，加水至 100 mL，摇匀。

4.11.1.11 乙酸溶液：取乙酸(4.11.1.4)6 mL，加水至 100 mL，摇匀。

4.11.1.12 氨水溶液：取氨水(4.11.1.5)10 mL，加水至 100 mL，摇匀。

4.11.1.13 硫化钠溶液：取硫化钠(4.11.1.6)5 g，加水至 100 mL，摇匀。当溶液变色或出现混浊时重新配制。

4.11.1.14 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：取乙酸钠(4.11.1.7)5.1 g，加乙酸(4.11.1.4)20 mL，再加水稀释至 250 mL，即得。

4.11.1.15 酚酞指示液：按照 GB/T 603 制备。

4.11.1.16 铅标准贮备溶液：取硝酸铅(4.11.1.8)0.160 g，置 1 000 mL 量瓶中，加硝酸(4.11.1.2)5 mL 与水 50 mL 溶解，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液(每 1 mL 相当于 100 μg 的 Pb)。

4.11.1.17 铅标准工作溶液：量取铅标准贮备液(4.11.1.16)10.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每 1 mL 相当于 10 μg 的 Pb)。

4.11.2 测定与结果判定

4.11.2.1 水剂的测定与结果判定

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，用 40 mL 水溶解，转入 50 mL 比色管，加 2 mL 乙酸溶液(4.11.1.11)，用水稀释至刻度，为试样溶液。在另一比色管中，加 2.00 mL 铅标准工作溶液(4.11.1.17)，加 40 mL 水、2 mL 乙酸溶液(4.11.1.11)。用水稀释至刻度，为标准比色溶液。

向试样溶液和标准比色溶液分别加入 1 滴硫化钠溶液(4.11.1.13)，混匀，暗处放置 5 min。在白色背景下观察，试样溶液颜色不得深于标准比色溶液，判定为合格。

4.11.2.2 粉剂的测定与结果判定

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，置于瓷坩埚中，电炉上低温炭化，冷却，加 1 mL 硝酸(4.11.1.2)和 0.5 mL 硫酸(4.11.1.3)，浸润，继续于电炉上缓慢加热至自烟散尽，移入 450 $^{\circ}\text{C}$ 马福炉中灼烧 2 h，冷却，加 4 mL 盐

酸溶液(4.11.1.10)溶解过滤,用少量水洗涤坩埚和滤器,洗滤液一并移入 50 mL 比色管中,加水至 30 mL,加 1 滴酚酞指示液(4.11.1.15),用氨水溶液(4.11.1.12)调节 pH 至中性,加 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.11.1.14),混匀,用水稀释至刻度,为试样溶液。以下按 4.11.2.1 的规定进行。

4.12 细度

4.12.1 分析步骤

称取试样 20 g(精确至 0.01 g),置于干燥的试验筛中筛分,称量通过试验筛的筛下物质量。

4.12.2 结果计算与表示

4.12.2.1 结果计算

细度 X_7 (以质量分数计,数值以%表示)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{m_5}{m} \times 100$$

.....(7)

式中:

m_5 ——试样通过试验筛的筛下物质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

4.12.2.2 结果表示

结果表示到个位。

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均匀一致的产品为一批。

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,含量、pH、干燥失重、总游离胺为出厂检验项目。

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贮。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,保质期为 24 个月。
