



中华人民共和国国家标准

GB 7300.303—2022

饲料添加剂 第3部分： 矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾

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

2022-12-29 发布

2024-01-01 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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB 7300《饲料添加剂》的第 303 部分。GB 7300 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸(GB 7300.101)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸(GB 7300.102)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物(GB 7300.103)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸(GB 7300.104)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 维生素 D₃ 油(GB 7300.202)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱(GB 7300.203)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘化钾(GB 7300.301)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 亚硒酸钠(GB 7300.302)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾(GB 7300.303)；
- 第 4 部分：酶制剂 木聚糖酶(GB 7300.401)；
- 第 4 部分：酶制剂 植酸酶(GB 7300.402)；
- 第 4 部分：酶制剂 纤维素酶(GB 7300.403)；
- 第 5 部分：微生物 酿酒酵母(GB 7300.501)；
- 第 6 部分：非蛋白氮 尿素(GB 7300.601)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠(GB 7300.801)；
- 第 9 部分：着色剂 β -胡萝卜素粉(GB 7300.901)；
- 第 9 部分：着色剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(GB 7300.902)；
- 第 10 部分：调味和诱食物质 谷氨酸钠(GB 7300.1001)；
- 第 10 部分：调味和诱食物质 大蒜素(GB 7300.1002)。

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专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

引 言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质,包括营养性添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用,按照产品类别,GB 7300《饲料添加剂》拟分为以下 13 个大类:

- 氨基酸、氨基酸盐及其类似物;
- 维生素及类维生素;
- 矿物元素及其络(螯)合物;
- 酶制剂;
- 微生物;
- 非蛋白氮;
- 抗氧化剂;
- 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂;
- 着色剂;
- 调味和诱食物质;
- 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂;
- 多糖和寡糖;
- 其他。

本文件的产品碘酸钾属于第 3 大类矿物元素及其络(螯)合物,因碘酸钾是此大类第 3 个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.303 编号,作为 GB 7300 的第 303 部分。

饲料添加剂 第3部分： 矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾

1 范围

本文件给出了碘酸钾的化学名称、分子式和相对分子质量,规定了饲料添加剂碘酸钾的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期,描述了饲料添加剂碘酸钾的取样和试验方法。

本文件适用于以碘和氯酸钾或氢氧化钾为原料,通过氧化法或电解法制得的饲料添加剂碘酸钾。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 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/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
GB 10648 饲料标签
GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式和相对分子质量

化学名称:碘酸钾

分子式: KIO_3

相对分子质量:214.00(按2018年国际相对原子质量)

5 技术要求

5.1 外观与性状

本品为白色结晶或结晶性粉末,无臭。

5.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
碘酸钾(KIO ₃ ,以干基计)/ %	99.0~101.0
碘酸钾(以 I 计,以干基计)/ %	58.7~59.9
干燥失重/%	≤0.5
pH 值(50 g/L)	5.0~7.0
氯化物及氯酸盐(以 Cl 计)/(mg/kg)	≤100
碘化物(以 I 计)/(mg/kg)	≤20
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤2

6 取样

按 GB/T 6678 规定执行。

7 试验方法

警告:试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎,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。

7.1 一般规定

除非另有说明,本文件所有试剂均为分析纯的试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。分析中所用的标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

7.2 感官检验

取适量样品置于干净的白瓷盘中,在自然光下观察其颜色和形态,嗅其气味。

7.3 碘酸钾的鉴别

7.3.1 试剂或材料

- 7.3.1.1 盐酸。
- 7.3.1.2 次磷酸溶液(20%):市售 50%次磷酸溶液 40 mL,加水稀释至 100 mL,混匀。
- 7.3.1.3 淀粉指示液(5 g/L):称取 0.5 g 淀粉,加水 5 mL 使其成糊状,搅拌下将糊状物加到 90 mL 沸腾的水中,煮沸 1 min~2 min,冷却,稀释至 100 mL,混匀。使用期为两周。

7.3.2 仪器设备

- 7.3.2.1 铂丝。

- 7.3.2.2 蓝色钴玻璃。
- 7.3.2.3 酒精灯。
- 7.3.2.4 天平：感量 0.01 g。

7.3.3 鉴别试验

- 7.3.3.1 碘酸根离子试验：称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，溶于 20 mL 水中，取 1 mL 该试液，加入数滴次磷酸溶液，混匀，加两滴淀粉指示液，试液应显蓝色。
- 7.3.3.2 钾离子试验：铂丝用盐酸湿润后，在酒精灯无色火焰上灼烧至无色，再用盐酸湿润后蘸取试样，在无色火焰中灼烧，火焰即显紫色。样品若含少量钠盐时，需在蓝色钴玻璃下观察，火焰应显紫色。

7.4 碘酸钾的含量测定

7.4.1 原理

在酸性溶液中，碘酸根离子被碘离子还原成游离碘，然后用硫代硫酸钠将游离碘还原成碘离子，以淀粉溶液为指示液，根据颜色变化判断反应终点。

7.4.2 试剂或材料

- 7.4.2.1 碘化钾。
- 7.4.2.2 盐酸溶液(20%)：量取 504 mL 盐酸，用水稀释至 1 000 mL，混匀。
- 7.4.2.3 淀粉指示液(5 g/L)：配制方法同 7.3.1.3。
- 7.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

7.4.3 仪器设备

- 7.4.3.1 电热恒温干燥箱：控温范围 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.4.3.2 天平：感量 0.000 1 g。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 0.8 g(精确至 0.000 1 g)预先在 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的试样，置于 250 mL 容量瓶中，加水溶解并稀释定容，混匀。准确移取 25 mL 试液置于 250 mL 碘量瓶中，加 2 g 碘化钾与 10 mL 盐酸溶液，立即塞上塞子，轻轻混匀，于暗处放置 5 min。取出，加水 100 mL，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，当溶液颜色由红棕色变为浅棕黄色近终点时，加 2 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失，即终点。同时做空白试验。

7.4.5 结果计算

碘酸钾(KIO_3)含量以质量分数 w_1 表示，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM_1 \times 250}{m \times 25 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

碘酸钾(以 I 计)含量以质量分数 w_2 表示，按公式(2)计算：

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM_2 \times 250}{m \times 25 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

- 式中：
- V —— 滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
 - V_0 —— 滴定空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，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_1 ——碘酸钾($1/6 \text{ KIO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=35.67$);

M_2 ——碘($1/6 \text{ I}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=21.15$)。

m ——试样质量的数值,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。

7.4.6 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果的绝对差值以碘酸钾(KIO_3)计不大于 0.5%,以碘(I)计不大于 0.3%。

7.5 干燥失重

按 GB/T 6435—2014 中 8.1 的规定执行,结果以干燥失重表示。

7.6 pH 值(50 g/L)

按 GB/T 9724 规定执行。

7.7 氯化物及氯酸盐(以 Cl 计)

7.7.1 试剂或材料

7.7.1.1 亚硫酸。

7.7.1.2 氨水。

7.7.1.3 硝酸银溶液(50 g/L):称取硝酸银 5 g,溶于水,稀释至 100 mL。

7.7.1.4 硝酸溶液(25%):量取 308 mL 硝酸,稀释至 1 000 mL。

7.7.1.5 氯化钠标准溶液(0.01 mg/mL):准确移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的 0.1 mg/mL 氯化钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容,混匀。临用现配。

7.7.2 仪器设备

7.7.2.1 可调式电炉。

7.7.2.2 分析天平:感量 0.01 g。

7.7.2.3 纳氏比色管:25 mL。

7.7.3 试验步骤

7.7.3.1 试液的制备

平行做两份试验。称取 1 g(精确至 0.01 g)试样,溶于 15 mL 温水中,在不断摇动下滴加亚硫酸(约 20 mL)至溶液澄清,缓缓加热煮沸,使过量二氧化硫逸出,冷却,加 5 mL 氨水及 10 mL 水,在搅拌下滴加硝酸银溶液 15 mL,过滤,洗涤合并滤液及洗液于 100 mL 容量瓶中,定容,混匀备用。

7.7.3.2 标准比浊液的制备

准确移取 2 mL 氯化钠标准溶液,置于纳氏比色管中,加 15 mL 水,1 mL 氨水,5 mL 硝酸溶液及 1 mL 硝酸银溶液,稀释至 25 mL,混匀。

7.7.4 比浊

移取 20 mL 试液置于纳氏比色管中,加 5 mL 硝酸溶液,混匀,与标准比浊液同时放置 10 min,同置黑色背景上,从比色管上方向下观察比较试液与标准比浊液的浊度。

7.7.5 结果判定

试液的浑浊度不深于标准比浊液,即氯化物及氯酸盐(以 Cl 计)含量小于或等于 100 mg/kg。

7.8 碘化物(以 I 计)

7.8.1 试剂或材料

7.8.1.1 三氯甲烷。

7.8.1.2 硫酸溶液(1.8 mol/L):吸取 5.4 mL 硫酸,缓缓注入 100 mL 水中,混匀,冷却。

7.8.1.3 碘化钾标准溶液(0.01 mg/mL):准确移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的 0.1 mg/mL 碘化钾标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容,混匀。临用现配。

7.8.2 仪器设备

7.8.2.1 分析天平:感量 0.01 g。

7.8.2.2 纳氏比色管:50 mL。

7.8.3 试验步骤

7.8.3.1 试液的制备

平行做两份试验。称取 5 g(精确至 0.01 g)试样,置于 100 mL 容量瓶中,加温水约 70 mL 溶解,冷却,稀释定容,作为试液。准确移取 25 mL 试液置于纳氏比色管中,加 1.8 mol/L 硫酸溶液 1 mL,边振摇边加三氯甲烷 1 mL,作为试液管(I)。

7.8.3.2 标准比色液的制备

另取试液 5 mL 于纳氏比色管中,加碘化钾标准溶液 2 mL,加 1.8 mol/L 硫酸溶液 1 mL,边振摇边加三氯甲烷 1 mL,作为标准比色液管(II)。

7.8.4 比色

试液管(I)与标准比色液管(II)静置分层,同置白色背景上,观察比较溶液下层(三氯甲烷层)溶液的颜色。

7.8.5 结果判定

试液管(I)的颜色不深于标准比色液管(II)的颜色,即碘化物(以 I 计)含量小于或等于 20 mg/kg。

7.9 重金属(以 Pb 计)

7.9.1 试剂或材料

7.9.1.1 盐酸。

7.9.1.2 氨水(10%):量取 40 mL 氨水,稀释至 100 mL,混匀。

7.9.1.3 乙酸溶液(30%):量取 298 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL,混匀。

7.9.1.4 硫化钠-丙三醇溶液:称取 5 g 硫化钠,溶于 10 mL 水与 30 mL 丙三醇的混合液中,避光密封保存,有效期 1 个月。

7.9.1.5 铅标准溶液(0.1 mg/mL):市售铅单元素标准溶液或按 GB/T 602 配制。

7.9.1.6 铅标准工作液(0.01 mg/mL):准确移取 10 mL 铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容,混匀。临用现配。

7.9.2 仪器设备

7.9.2.1 恒温水浴锅。

7.9.2.2 分析天平:感量 0.01 g。

7.9.2.3 纳氏比色管:25 mL。

7.9.3 试验步骤

7.9.3.1 试液的制备

平行做两份试验。称取 5 g (精确至 0.01 g) 试样,置于 150 mL 三角烧瓶中,加 20 mL 盐酸,于沸水浴上蒸发至干,再用 10 mL 盐酸分数次滴加,反复蒸干至残渣变白。残渣用 20 mL 水溶解、洗涤并转移至 25 mL 纳氏比色管,再用氨水溶液调节 pH 值至 4,最后用水定容,混匀,作为样品试液。准确移取 15 mL 样品试液于纳氏比色管中,加 0.2 mL 乙酸溶液,用水定容至 25 mL,作为试液管(I)。

7.9.3.2 标准比色液的制备

准确量取 2.00 mL 铅标准溶液置于 25 mL 纳氏比色管中,加 5 mL 样品试液、0.2 mL 乙酸溶液,用水定容至 25 mL,作为标准比色液管(II)。

7.9.4 比色

在试液管(I)和标准比色液管(II)中各加入 0.1 mL 硫化钠-丙三醇溶液,混匀,放置 10 min。同置白纸上,自上而下透视,观察比较试液管(I)与标准比色液管(II)的颜色深浅。

7.9.5 结果判定

试液管(I)所呈颜色不深于标准比色液管(II),即重金属(以 Pb 计)含量小于或等于 10 mg/kg。

7.10 总砷(以 As 计)

7.10.1 试剂或材料

7.10.1.1 水:GB/T 6682,二级。

7.10.1.2 盐酸。

7.10.1.3 无砷锌粒:粒径 3.0 mm±0.2 mm。

7.10.1.4 碘化钾溶液(150 g/L):称取 75 g 碘化钾,加水溶解后,稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。

7.10.1.5 氯化亚锡溶液(400 g/L):称取 20 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 50 mL 盐酸中,加入数颗金属锡粒,保存于棕色试剂瓶中。

7.10.1.6 二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDTC)-三乙胺-三氯甲烷吸收液(2.5 g/L):称取 2.5 g(精确到 0.000 2 g)Ag-DDTC 于干燥的烧杯中,加入适量三氯甲烷,待完全溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 三乙胺,用三氯甲烷定容,置棕色瓶中存放于冷暗处。若有沉淀应过滤后使用。

7.10.1.7 砷标准溶液(0.1 mg/mL):市售砷单元标准溶液或按 GB/T 602 配制。

7.10.1.8 砷标准工作液(1.0 $\mu\text{g/mL}$):准确吸取 1 mL 砷标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸,加水定容,混匀,此溶液含砷 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。临用现配。

7.10.1.9 乙酸铅棉花:将医用脱脂棉在乙酸铅溶液(100 g/L)中浸泡约 1 h,挤压除去多余溶液,自然晾

干或在 90 °C~100 °C 烘干,保存于密闭瓶中。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 砷化氢发生及吸收装置。

7.10.2.1.1 砷化氢发生器:100 mL 带 30 mL、40 mL、50 mL 刻度线和侧管的锥形瓶。

7.10.2.1.2 导气管:管径 ϕ 为 8.0 mm~8.5 mm;尖端孔 ϕ 为 2.5 mm~3.0 mm。

7.10.2.1.3 吸收瓶:下部带 5 mL 刻度线。

7.10.2.2 分光光度计:波长范围 360 nm~800 nm。

7.10.2.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

7.10.2.4 恒温水浴锅。

7.10.3 试验步骤

7.10.3.1 试样处理

平行做两份试验。称取 5 g (精确至 0.000 1 g) 试样,置于 150 mL 三角烧瓶中,加 20 mL 盐酸,于沸水浴上蒸发至干,再用 10 mL 盐酸分数次滴加,反复蒸干至残渣变白。残渣用 30 mL 水溶解、洗涤并转移到发生器中,再加 10 mL 盐酸,混匀,作为试样溶液。

同时做试剂空白试验。

7.10.3.2 标准曲线绘制

按 GB/T 13079—2006 中 5.4.2 的规定操作。

7.10.3.3 还原反应与比色测定

按 GB/T 13079—2006 中 5.4.3 的规定,从“然后向试样溶液、试剂空白溶液……”起操作。

7.10.4 试验数据处理

按 GB/T 13079—2006 中 5.5 的规定操作。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺,经连续生产或同一班次生产的统一规格的产品为一批,但每批次产品不得超过 3 t。

8.2 出厂检验

外观与性状、碘酸钾含量、干燥失重、碘化物、重金属(以 Pb 计)为出厂检验项目。

8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 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,也应进行型式检验:

- 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) 产品停产 3 个月以上,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) 管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何项指标不符合本文件规定时,可自同批产品中重新加倍取样进行复测。复检结果有一项指标不符合本文件规定,即判定该批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害,并能防污染、防潮湿、防泄漏。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,不得与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,不得与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的运输、贮存条件下,产品保质期与标签中标明的保质期一致。