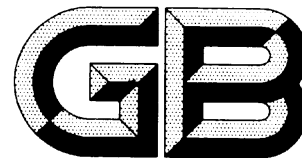


ICS 65.120
CCS B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T ××××—××××

饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络 (螯)合物 碘酸钾

Feed additive—Part 3 : Minerals and their complexes (or chelates)—

Potassium iodate

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB 7300《饲料添加剂》按产品分为若干部分：

本文件为 GB 7300 的第 303 部分。

本文件按照 GB/T 1.1-2020 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本文件起草单位：农业部饲料质量监督检验测试中心（西安）。

本文件主要起草人：

饲料添加剂

第3部分：矿物质及其络（螯）合物

碘酸钾

1 范围

GB 7300 的本部分规定了饲料添加剂碘酸钾的要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于氯酸钾氧化法和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 饲料中水分的测定

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

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 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2016年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观与性状

本品为白色结晶或结晶性粉末，无臭。易溶于水，难溶于乙醇。

4.2 鉴别

碘酸根离子和钾离子的鉴别应分别呈正反应。

4.3 技术指标

技术指标见表1。

表1 技术指标

项 目		指 标
碘酸钾含量 (KIO ₃ , 以干基计) / %	≥	99.0
碘含量 (I, 以干基计) / %	≥	58.7
干燥失重 / %	≤	0.5
pH 值 (50 g/L)		5.0~7.0
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)	≤	3

5 取样

按GB/T 14699.1规定执行。

6 试验方法

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。试剂和溶液的制备符合GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定。

警示——本标准使用的强酸具有腐蚀性, 操作时须小心谨慎!

6.1 感官检验

取适量样品置于白色衬底的表面皿或白瓷板上, 在自然光下观察其颜色和形态, 嗅其气味。

6.2 鉴别试验

6.2.1 试剂和材料

6.2.1.1 盐酸。

6.2.1.2 次磷酸溶液: 200 g/L。称取次磷酸 20 g, 加水溶解, 定容至 100 mL。

6.2.1.3 淀粉指示液: 5 g/L。称取可溶性淀粉 0.5 g, 加水 5 mL 搅匀后, 缓缓倾入 90 mL 沸水中, 并不时搅拌, 煮沸至半透明为止, 冷却定容 100 mL, 倾取上层清液即得 (现用现配)。

6.2.1.4 铂丝。

6.2.1.5 蓝色钴玻璃。

6.2.1.6 酒精灯。

6.2.2 试验步骤

6.2.2.1 碘酸根离子的鉴别: 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 (6.2.1.2), 摇匀, 加两滴淀粉指示液 (6.2.1.3), 试液应显蓝色。

6.2.2.2 钾离子的鉴别：取铂丝用盐酸润湿，在酒精灯无色火焰上灼烧至无色，再蘸取试样溶液（6.2.2.1），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。

6.3 碘酸钾的测定

6.3.1 原理

在酸性溶液中，碘酸根离子被碘离子还原成游离碘，然后用硫代硫酸钠标准溶液进行滴定，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。

6.3.2 试剂和溶液

6.3.2.1 碘化钾。

6.3.2.2 盐酸溶液：20%，量取 504 mL 盐酸，用水稀释至 1000 mL。

6.3.2.3 淀粉指示液：5 g/L，按 4.2.1.3 配制（现用现配）。

6.3.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.3 分析步骤

称取 0.8 g 预先在 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱烘至恒重的试样，精确至 0.0001 g，置于 250 mL 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。准确移取此试液 25.0 mL 置于 250 mL 碘量瓶中，加 2 g 碘化钾（6.3.2.1）、10 mL 盐酸溶液（6.3.2.2），立即塞上塞子，轻轻摇匀，于暗处放置 5 min，加水 100 mL，用硫代硫酸钠标准滴定溶液（6.3.2.4）滴定，至溶液颜色为浅黄色时为临近终点，加 2 mL 淀粉指示液（6.3.2.3），继续滴定至蓝色消失，即为终点。同时作空白试验。

6.3.4 试验数据处理

碘酸钾（ KIO_3 ）的质量分数 X_1 ，数值以%表示，按公式(1)计算：

$$X_1 = \frac{c(v - v_0) \times 0.03567 \times 250}{m \times 25} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

碘（I）的质量分数 X_2 ，数值以%表示，按公式(2)计算：

$$X_2 = \frac{c(v - v_0) \times 0.02115 \times 250}{m \times 25} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_1 ——试样中碘酸钾（ KIO_3 ）的含量，%；

X_2 ——试样中碘（I）的含量，%；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积，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，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

0.035 67——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的，以克表示的碘酸钾 (KIO_3) 的质量；

0.021 15——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的，以克表示的碘 (I) 的质量。

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。

6.3.5 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

6.4 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 规定测定，结果以干燥失重表示。

6.5 pH 值的测定

按 GB/T 9724 规定测定。

6.6 氯酸盐的测定

6.6.1 试剂和溶液

6.6.1.1 亚硫酸。

6.6.1.2 氨水。

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

6.6.1.4 硝酸溶液：25 %。量取 308 mL 硝酸，稀释至 1 000 mL，

6.6.1.5 氯化钠标准溶液：1 mL 溶液含有氯化物（以 Cl 计）0.01 mg。用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2 试验步骤

称取试样 0.5 g，溶于 15 mL 温水中，在不断摇动下滴加亚硫酸（6.6.1.1）（约 10 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（6.6.1.2）、10 mL 水，在搅拌下滴加 8 mL 硝酸银溶液（6.6.1.3），过滤，洗涤，合并滤液及洗液于 100 mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀。移取 20 mL 试液置于 25 mL 纳氏比色管中，加 5 mL 硝酸（6.6.1.4）溶液，摇匀，放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备：取 1 mL 氯化钠标准溶液（6.6.1.5），置于 25 mL 纳氏比色管中，加 15 mL 水，1 mL 氨水（6.6.1.2），5 mL 硝酸溶液（6.6.1.4）及 1 mL 硝酸银溶液（6.6.1.3），稀释至 25 mL，与同体积试液同时放置 10 min 比浊。

6.7 碘化物的测定

6.7.1 试剂和溶液

6.7.1.1 三氯甲烷。

6.7.1.2 硫酸溶液：1.8 mol/L。

6.7.1.3 碘化钾标准溶液：1 mL 溶液含有碘化钾（以 I 计）0.01 mg。用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602

配制的碘化钾标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。（临用前配置）

6.7.2 试验步骤

称取试样5.0 g，加水100 mL溶解，摇匀，作为供试品溶液（I）；精密量取25 mL于50 mL纳氏比色管中，加1.8 mol/L硫酸溶液（6.7.1.2）1 mL，边振摇边加三氯甲烷（6.7.1.1）1 mL，作为供试品溶液（II）；另取供试品溶液（I）5 mL于50 mL纳氏比色管中，加标准碘化钾溶液（6.7.1.3）2 mL，加1.8 mol/L硫酸溶液（6.7.1.2）1 mL，边振摇边加三氯甲烷（6.7.1.1）1 mL，作为对照溶液。供试品溶液（II）的三氯甲烷层如显色，与对照溶液的三氯甲烷层比较，不得更深。

6.8 重金属（以Pb计）的测定

6.8.1 试剂和溶液

6.8.1.1 盐酸。

6.8.1.2 氨水：10%。量取40 mL氨水，稀释至100 mL。

6.8.1.3 醋酸溶液：30%。量取298 mL冰醋酸，稀释至1000 mL。

6.8.1.4 硫化钠-丙三醇溶液：称取5 g硫化钠，溶于10 mL和30 mL丙三醇的混合液中，避光密封保存，有效期一个月。

6.8.1.5 铅标准贮备液：100 μg/mL。称取硝酸铅 0.159 9 g，置1000 mL量瓶中，加硝酸5 mL与水50 mL溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

6.8.1.6 铅标准工作液配制：10 μg/mL。精密量取铅标准贮备液（6.8.1.5）10 mL，置100 mL量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，既得（每毫升相当于10 μg的Pb）。本液仅供当日使用。

6.8.2 分析步骤

6.8.2.1 试样溶液制备

称取5 g试样（精确至10 mg），置于150 mL三角烧瓶中，滴加20 mL盐酸（6.8.1.1），于沸水浴上蒸发至干，再用10 mL盐酸（6.8.1.1）分几次反复蒸干至残渣变白。残渣溶于水，用10%氨水溶液（6.8.1.2）调节pH值至4，稀释至25 mL，制成样品试液。取15 mL试液于25 mL比色管中，加0.2 mL30%乙酸溶液（6.8.1.3），稀释至25 mL，作为乙管。

6.8.2.2 标准比色溶液制备

准确量取2 mL铅标准溶液（6.8.1.6）置于25 mL纳氏比色管中，加5 mL样品试液，加0.2 mL30%乙酸溶液（6.8.1.3），稀释至25 mL，作为甲管。

6.8.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫化钠-丙三醇溶液（6.8.1.4）各0.2 mL，摇匀，放置10 min，同置白纸上，自上而下透视，观察比较甲管与乙管的颜色，如乙管所呈颜色未深于甲管，则判定为符合规定。

6.9 总砷的测定

6.9.1 方法提要

同GB/T 13079-2006中第5章。

6.9.2 试样溶解

称取 5 g 试样（精确至 0.000 1g），置于 150 mL 三角烧瓶中，滴加 20 mL 盐酸，于沸水浴上蒸发至干，再用 10 mL 盐酸分几次反复蒸干至残渣变白。加水溶解残渣，转移到发生器中，用水冲洗烧瓶，洗液并入发生器，加 10 mL 盐酸，冷却，加水稀释至 40 mL，摇匀待测。同时制备试剂空白溶液。

6.9.2 测定

按 GB/T 13079-2006 中 5.4.2~5.5.3 的规定进行操作。其中 5.4.3 从“加入 2 mL 碘化钾”起，以下按照 5.4.3 步骤操作。

7 检验规则

7.1 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统一规格的产品为一批，但每批产品不得超过 25 t。

7.2 出厂检验

外观与性状、碘酸钾含量、碘含量为出厂检验项目。

7.3 型式检验

型式检验项目为第 4 章的全部技术要求。正常生产时，每半年至少进行 1 次型式检验，但有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 产品定型时；
- b) 当原料、生产工艺发生较大变化，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。

7.4 判定规则

7.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果有任何指标不符合本标准要求时，应重新自同批次两倍量的包装中采样进行复检，复检结果即使有一项指标不符合本标准要求，则判定该批产品不合格。

7.4.3 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。

8 标签、包装、运输和贮存

8.1 标签

按 GB 10648 规定执行。

8.2 包装

包装材料应无毒、无害，并能防污染、防潮湿、防泄漏。

8.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混运。

8.4 贮存

应贮存在通风、干燥处，防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混贮。

8.5 保质期

未开启的原包装产品在规定的运输、贮存条件下，保质期为 24 个月。
