

饲料级丙酸钠

Feed grade sodium propionate

本标准适用于丙酸与碳酸钠反应制取的丙酸钠。本品加于饲料中作为防霉剂。

分子式: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$

分子量: 96.06 (按 1983 年国际原子量)

1 技术要求

- 1.1 外观: 本品为白色结晶颗粒或粉末。易溶于水, 微溶于乙醇。无臭或稍有特异丙酸气味。
1.2 丙酸钠应符合表 1 要求。

表 1

%

指标名称		指标
含量(以 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$ 干基计)	\geq	99.0
水中溶解态	\leq	微微浊
游离酸(以 CH_3COOH 计)	\leq	0.11
游离碱(以 Na_2CO_3 计)	\leq	0.16
干燥失重	\leq	5.0
重金属(以 Pb 计)	\leq	0.002
砷	\leq	0.0002

2 检验方法

试验中所用试剂和水, 在未注明其他要求时, 均使用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。试验仪器为普通实验室仪器。

在未注明其他要求时, 所用标准溶液按 GB 601—77《化学试剂 标准溶液制备方法》; 杂质标准溶液按 GB 602—77《化学试剂 杂质标准溶液的制备方法》; 试剂及制品按 GB 603—77《化学试剂 试剂及制品制备方法》制备。

2.1 鉴别

2.1.1 试剂和溶液

2.1.1.1 硫酸(GB 625—77): 1+9 溶液;

2.1.1.2 乙酸氧铀(HG B 3512—62);

2.1.1.3 冰乙酸(GB 676—78);

2.1.1.4 乙酸锌(HG B 3100—59);

2.1.1.5 乙酸氧铀锌试液: 称 10 g 乙酸氧铀(2.1.1.2)置于锥形瓶中, 加 5 ml 冰乙酸(2.1.1.3)与 50 ml 水, 微热使溶解。另取 30 g 乙酸锌(2.1.1.4), 加 3 ml 冰乙酸(2.1.1.3)与 30 ml 水, 微热使溶解, 将二液混合, 放冷, 过滤即可使用。

2.1.2 鉴别方法

国家标准局 1987-10-14 批准

1988-05-01 实施

2.1.2.1 丙酸：取样品 0.5 g 溶于 5 ml 水中，加 5 ml 硫酸 (2.1.1.1) 溶液，加热时有丙酸的特异气味。

2.1.2.2 钠：取样品 0.5 g 溶于 10 ml 水中，取此试液数滴，加乙酸氧铀锌 (2.1.1.5) 试液数滴，即产生黄色沉淀。

2.2 丙酸钠含量测定

2.2.1 试剂和溶液

2.2.1.1 冰乙酸 (GB 676—78)；

2.2.1.2 高氯酸 (GB 623—77)； $C(\text{HClO}_4)$ 约为 0.1 mol/l 的标准溶液；

2.2.1.3 结晶紫指示液：0.2% (m/V) 冰乙酸溶液。

2.2.2 测定方法

样品预先在 105℃ 干燥 1 h，称取样品 0.3 g，准确至 0.0002 g，于锥形瓶中，加冰乙酸 (2.2.1.1) 40 ml，必要时加热溶解，冷却至室温，加 2 滴结晶紫指示液 (2.2.1.3)，用高氯酸标准溶液 (2.2.1.2) 滴定至呈蓝绿色。滴定结果用空白试验校正。

2.2.3 结果的计算

丙酸钠 ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COONa}$) 的百分含量按式 (1) 计算：

$$\frac{C \cdot (V - V_0) \times 0.09606}{m} \times 100 = \frac{9.606 \times C \cdot (V - V_0)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： C ——高氯酸标准溶液摩尔浓度，mol/l；

V ——高氯酸标准溶液消耗体积，ml；

V_0 ——空白试验所消耗的高氯酸标准溶液的体积，ml；

m ——样品的质量，g；

0.09606——每毫摩尔丙酸钠的克数。

两平行样测定结果之差不得大于 0.2%，以其算术平均值为报告结果。

2.3 水中溶解态测定

2.3.1 试剂和溶液

2.3.1.1 盐酸 (GB 622—77)； $C(\text{HCl})$ 为 0.1 mol/l 的标准溶液；

2.3.1.2 硝酸 (GB 626—78)；1+3 溶液；

2.3.1.3 糊精：2% (W/V) 溶液；

2.3.1.4 硝酸银 (GB 670—77)；2% (W/V) 溶液；

2.3.1.5 浊度标准贮备液：1 ml 含 Cl^- 1 mg。移取 14.1 ml 0.1 mol/l 盐酸标准溶液 (2.3.1.1) 于 50 ml 容量瓶中，并稀释至刻度；

2.3.1.6 浊度标准溶液：1 ml 含 Cl^- 0.01 mg。移取 10 ml 浊度标准贮备液 (2.3.1.5) 于 1000 ml 容量瓶中，并稀释至刻度。

2.3.2 测定方法

称取样品 1 g，准确至 0.01 g，溶于 20 ml 水中，溶液应无色，其浊度不得深于标准溶液。

另移取 1.2 ml 浊度标准溶液 (2.3.1.6)，加水至 20 ml，加 1 ml 硝酸溶液 (2.3.1.2)，0.2 ml 糊精溶液 (2.3.1.3) 及 1 ml 硝酸银溶液 (2.3.1.4)，放置 15 min，为微微浊标准溶液。

2.4 游离酸、游离碱测定

2.4.1 试剂和溶液

2.4.1.1 盐酸 (GB 622—77)； $C(\text{HCl})$ 约为 0.1 mol/l 的标准溶液；

2.4.1.2 氢氧化钠 (GB 629—81)； $C(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/l 标准溶液；

2.4.1.3 酚酞 (HG B 3039—59) 指示剂：1% (W/V) 乙醇溶液；

2.4.1.4 不含二氧化碳的水。

2.4.2 测定方法

称取样品 2 g, 准确至 0.01 g, 置于 100 ml 锥形瓶中, 加 20 ml 不含二氧化碳的水(2.4.1.4), 溶解, 加 2 滴酚酞指示液(2.4.1.3), 试液如无色, 加 0.3 ml 氢氧化钠标准溶液(2.4.1.2)时, 应变粉红色; 试液如为粉红色, 加 0.3 ml 盐酸标准溶液(2.4.1.1)时, 粉红色应消失。

2.5 干燥失重测定

2.5.1 测定方法

称取样品 1 g, 准确至 0.0002 g, 于已恒重的 φ 45 mm \times h 25 mm 的称量瓶中, 在 105 C 干燥 1 h, 取出, 放入干燥器中, 冷却至室温, 称量, 直至恒重。

2.5.2 结果的计算

干燥失重百分含量按式(2)计算:

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

式中: m ——干燥前样品的质量, g;

m_1 ——干燥后样品的质量, g。

两次测定结果之差不得大于 0.2%, 以其算术平均值为报告结果。

2.6 重金属的测定

2.6.1 试剂和溶液

2.6.1.1 冰乙酸(GB 676—78): 6%(V/V)溶液;

2.6.1.2 硫化钠(HG 3—905—76): 称 1 g 硫化钠, 用水溶成 10 ml, 临用时新配;

2.6.1.3 铅标准溶液: 1 ml 含 0.01 mgPb。按 GB 602—77 之规定配制, 再稀释 10 倍。

2.6.2 测定方法

称取样品 1 g, 准确至 0.01 g, 置于 50 ml 纳氏比色管中, 加 2 ml 冰乙酸溶液(2.6.1.1), 30 ml 水和 2 滴硫化钠溶液(2.6.1.2), 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 5 min, 其颜色不得深于标准。

标准是取 2.0 ml 铅标准溶液(2.6.1.3)与样品同时同样处理。

2.7 砷的测定

2.7.1 试剂和溶液

2.7.1.1 盐酸(GB 622—77): 1+1 溶液;

2.7.1.2 碘化钾(GB 1272—77): 16.5%(m/V)溶液;

2.7.1.3 氯化亚锡(GB 638—78): 40%(m/V)盐酸溶液; 一个月内有效;

2.7.1.4 无砷金属锌(GB 2304—80);

2.7.1.5 乙酸铅脱脂棉;

2.7.1.6 溴化汞试纸;

2.7.1.7 砷标准溶液: 1 ml 含 0.001 mg As。按 GB 602—77 之规定配制, 再稀释 100 倍。

2.7.2 测定方法

称取样品 1 g, 准确至 0.01 g, 置于广口瓶中, 按 GB 610—77《砷测定法》中“1 砷斑法”之规定进行测定。其砷斑不得深于标准。

标准是取 2.0 ml 砷标准溶液与样品同时同样处理。

3 验收规则

3.1 本品应由生产厂的技术检验部门进行检验, 生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求, 每批出厂的产品都应附有质量证明书和使用说明书。

3.2 使用单位可按照本标准规定进行验收, 如供需双方对产品质量有异议时, 可由国家授权的产品质量检验机构进行仲裁检验。

3.3 本品每批的重量不超过生产厂每班的产量。

3.4 取样方法

3.4.1 按表2规定从每批产品中选取取样袋数。

表 2

每批总袋数	选取的袋数
<5	所有袋数
5~16	4
17~400	$\sqrt{\text{总袋数}}$
>400	20

3.4.2 用取样器通过 3/4 料层取样。每袋取样不少于 50 g。

3.4.3 将所取样品迅速混匀，按四分法缩分至 200 g。分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中。瓶上贴标签。注明：生产厂名称、产品名称、批号及取样日期。一瓶用于检验，一瓶保存 6 个月，以备仲裁分析用。

3.5 如检验中有一项指标不符合标准时，应重新自两倍量的包装中选取样品进行核验，此核验结果，即使有一项指标不符合标准时，则整批不能验收。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 饲料级丙酸钠用内衬食品级塑料袋的塑料编织袋包装，每包净重为 1 kg 或 5 kg。

4.2 包装上应有牢固标志、标明产品名称、生产厂名称、厂址、批号、批准文号、贮存条件、使用方法、净重，并标有“饲料级”的字样。

4.3 出厂产品应附有质量证明书，内容包括产品名称、生产厂名称、厂址、批号、批准文号、产品质量、本标准编号和化验员代号等。

4.4 本品应贮存在通风、荫凉、干燥处。

4.5 运输时不得与有毒有害物质混装、混运。

附加说明：

本标准由中华人民共和国农牧渔业部、中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由中国兽药监察所、北京化工研究院负责起草。

本标准主要起草人仲锋，胡延风。