

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1421—2007

饲料级双乙酸钠

Feed Grade Sodium Diacetate

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准参照联合国粮农组织/世界卫生组织食品添加剂联合专家委员会(FAO/WHOJECFA) CXAS—1981《双乙酸钠》和美国食品化学品法典第四版(FCCIV, 1996 年)《双乙酸钠》制定。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)、农业部饲料质量监督检验测试中心(西安)。

本标准主要起草人:孟凡胜、李胜、王琳、宫玲玲、李明涛、赵彩会。

饲料级双乙酸钠

1 范围

本标准规定了饲料级双乙酸钠产品的要求、试验方法、检验规则及包装、运输和贮存要求。
本标准适用于化工合成的双乙酸钠产品。以及作为饲料防霉剂使用的双乙酸钠。

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 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(neq ISO3696:1987)
- GB/T 9725—1988 化学试剂 电位滴定法通则(eqv, ISO6353-1:1982)
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079—1999 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样(ISO 6497:2002, IDT)

3 要求

3.1 性状

白色结晶,具有乙酸气味,吸潮,易溶于水。

3.2 技术指标

饲料级双乙酸钠的技术指标应符合表1规定:

表 1 技术指标

项 目	指 标
乙酸钠含量(%)	≥ 56
乙酸含量(%)	≥ 38
水分(%)	≤ 4
溶解性试验	合格
灼烧试验	合格
pH(100 g/L 溶液)	4.5~5.0
砷(以 As, mg/kg)	≥ 3
重金属(以 Pb 计, mg/kg)	≤ 10
甲酸及易氧化物	合格
醛类	合格

4 试验方法

除非另有规定,在标准中仅使用分析纯试剂。水,符合 GB/T 6682 三级水规定。

试验中所用标准滴定溶液、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 之规定制备。

安全提示:试验中所用高氯酸、冰乙酸、硫酸、硝酸、盐酸为腐蚀性试剂,操作时应小心。溅在皮肤上,立即用水冲洗。

4.1 溶解性试验

称取 1.0 g 试样,置于 5.0 mL 水中。振摇 30 s 至 5 min。应溶解。

4.2 灼烧试验

灼烧试样,形成气雾应使湿润的蓝色石蕊试纸变色。用水溶解残渣,其试液应使红色石蕊试纸变色。

4.3 鉴别试验

4.3.1 乙酸根鉴别

4.3.1.1 试剂和溶液

4.3.1.1.1 三氯化铁溶液:称取三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9 g,加水使溶解成 100 mL。

4.3.1.1.2 盐酸溶液:100 g/L。

4.3.1.1.3 硫酸溶液:硫酸+水=1+2(以体积计)。

4.3.1.2 仪器

4.3.1.2.1 电子天平:感量 0.1 g。

4.3.1.2.2 电炉。

4.3.1.3 鉴别步骤

取 0.2 g 试样加水 2 mL 溶解。加三氯化铁溶液(4.3.1.1.1)1 滴,试液应呈深红色。再滴加盐酸溶液(4.3.1.1.2)红色应褪去。

加硫酸溶液(4.3.1.1.3)于试料中,加热。应有乙酸气味。

4.3.2 钠离子鉴别

取约 0.2 g 试样,加 10 mL 水溶解。用盐酸湿润铂丝后蘸取试样溶液,在无色火焰中燃烧。火焰应显鲜黄色。

4.4 乙酸钠含量的测定

4.4.1 原理

在乙酸介质中,高氯酸与双乙酸钠中的乙酸钠反应生成高氯酸钠和乙酸: $\text{CH}_3\text{COONa} + \text{HClO}_4 = \text{NaClO}_4 + \text{CH}_3\text{COOH}$ 。用高氯酸标准滴定溶液滴定双乙酸钠试液。以饱和甘汞电极作参比电极,玻璃电极为指示电极确定滴定终点。根据消耗的高氯酸标准滴定溶液的量计算乙酸钠含量。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 冰乙酸(CH_3COOH):优级纯。

4.4.2.2 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 分析天平:感量:0.1 mg。

4.4.3.2 酸度计:测量范围 $\pm 1999 \text{ mV}$ 。精度 $\pm 1 \text{ mV}$ 。或相当精度的其他仪器。

4.4.3.3 玻璃电极:231 或与之相当的电极。

4.4.3.4 甘汞电极:232 型或与之相当的电极。

4.4.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确到 0.2 mg,溶于 50 mL 冰乙酸(4.4.2.1)中。将电极外面擦干,放入待测试液中。将酸度计(4.4.3.2)置于 mV 档。滴加高氯酸标准滴定溶液(4.4.2.2)。每滴加一次高氯酸标准滴定溶液,测量一次电位值。当电位值变化增大时,表示接近终点。此时减少高氯酸标准滴定溶液每次滴定的体积。每次不超过 0.1 mL。直至电位值几乎不变为止。按 GB/T 9725—1988 中二级微商法的

规定确定终点。

4.4.5 结果计算

乙酸钠(CH_3COONa)的含量 W_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{V_1 \times C_1 \times 0.082\ 03}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中:

V_1 ——高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

C_1 ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——试料质量,单位为克(g);

0.082 03 ——与 1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的乙酸钠(CH_3COONa)的质量。

计算结果表示到小数点后 1 位。

4.4.6 重复性

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测试结果的绝对差值不大于 0.4%。

4.5 乙酸含量的测定

4.5.1 原理

氢氧化钠与双乙酸钠中的乙酸反应生成乙酸钠和水: $\text{NaOH} + \text{CH}_3\text{COOH} = \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$ 。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定双乙酸钠溶液。以酚酞指示液确定滴定终点。根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的量计算乙酸含量。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.5.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 分析天平: 感量 0.1 mg。

4.5.4 分析步骤

称取约 4 g 试样,精确到 0.2 mg,溶于 50 mL 水中,加 2 滴酚酞指示液(4.5.2.2),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.5.2.1)滴定至淡粉红色为终点。

4.5.5 结果计算

乙酸(CH_3COOH)的含量 W_2 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{V_2 \times C_2 \times 0.060\ 05}{m_2} \times 100 \quad (2)$$

式中:

V_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

C_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_2 ——试料质量,单位为克(g);

0.060 05 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的乙酸(CH_3COOH)的质量。

计算结果表示到小数点后 1 位。

4.5.6 重复性

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测试结果的绝对差值不大于 0.4%。

4.6 水分的测定

4.6.1 原理

碘氧化二氧化硫生成硫酸时须有水存在： $I_2 + SO_2 + 2H_2O = 2HI + H_2SO_4$ 。用含有碘和二氧化硫的费休氏试剂在甲醇介质中滴定双乙酸钠中的水。根据消耗的费休氏试剂的量计算水分含量。

4.6.1.1 试剂和溶液

4.6.1.1.1 无水甲醇(CH_3OH)。

4.6.1.1.2 费休氏试剂。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 分析天平：感量 0.1 mg。

4.6.2.2 微量注射器：10 μ L。4.6.2.3 水分测定仪：分辨率 ≤ 0.05 mL。或相当精度的仪器。

4.6.3 分析步骤

移取 35~40 mL 无水甲醇(4.6.1.1.1)放入水分测定仪(4.6.2.3)的反应瓶中淹没电极裸露部分，开动水分测定仪的搅拌器。用费休氏试剂(4.6.1.1.2)滴定至电流突增，并保持 1 min 不变。记录所消耗的费休氏试剂体积(V_0)，迅速将称取的试料约 0.7 g，精确到 0.2 mg(含水量大约 10~15 mg)放入水分测定仪的反应瓶中，开动水分测定仪的搅拌器。用费休氏试剂(4.6.1.1.2)滴定至电流突增，并保持 1 min 不变为终点。记录所消耗的费休氏试剂体积(V_3)。

用微量注射器(4.6.2.2)量取 10 μ L 水代替试料，按同样操作步骤操作。计算每 1 mL 费休氏试剂相当于水的质量(T)。

4.6.4 结果计算

水(H_2O)的含量 W_3 以质量分数(%)表示按式(3)计算：

$$W_3 = \frac{(V_3 - V_0) \times T}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_3 ——加试料后所消耗的费休氏试剂体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——加试料前所消耗的费休氏试剂体积，单位为毫升(mL)；

T ——为每毫升费休氏试剂相当于水的质量，单位为克(g/mL)；

m_3 ——试料质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 1 位。

4.6.5 重复性

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测试结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.7 pH 的测定

4.7.1 仪器

4.7.1.1 酸度计：测量范围 pH 0~14。精度 ± 0.1 。

4.7.1.2 玻璃电极：231 或与之相当的电极。

4.7.1.3 甘汞电极：232 型或与之相当的电极。

4.7.2 分析步骤

称取 10.0 g 试样，加无二氧化碳水溶解并定容至 100 mL。测定 pH。结果表示到小数点后 1 位。

4.8 砷的测定

取试样约 2~3 g，精确到 0.2 mg 于砷化氢发生器中。加水 30 mL，浓盐酸 10 mL。按 GB/T 13079—1999 标准中 5.2 及以下操作。

4.9 重金属(以 Pb 计)的测定

4.9.1 试剂和溶液

4.9.1.1 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)。

4.9.1.2 丙三醇(甘油)($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$)。

4.9.1.3 硫代乙酰胺($\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$)。

4.9.1.4 硫酸(H_2SO_4)。

4.9.1.5 硝酸(HNO_3)。

4.9.1.6 盐酸(HCl)。

4.9.1.7 盐酸溶液, $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$: 取 18 mL 盐酸(4.9.1.6), 加水至 100 mL。

4.9.1.8 盐酸溶液, $c(\text{HCl}) = 7 \text{ mol/L}$: 取 63 mL 盐酸(4.9.1.6), 加水至 100 mL。

4.9.1.9 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.9.1.10 氨水溶液: 100 g/L。

4.9.1.11 乙酸盐缓冲溶液(pH3.5): 取乙酸铵(4.9.1.1) 25 g, 加水 25 mL 溶解后, 加 $c(\text{HCl}) = 7 \text{ mol/L}$ 盐酸溶液(4.9.1.8) 38 mL, 用 $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$ 盐酸溶液(4.9.1.7)或氨水溶液(4.9.1.10)调 pH 至 3.5, 用水稀释至 100 mL。

4.9.1.12 硫代乙酰胺溶液: 称取硫代乙酰胺(4.9.1.3) 4 g, 加水使溶解成 100 mL, 置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 加混合液[由氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ (4.9.1.9): 15 mL, 水: 5.0 mL, 甘油(4.9.1.2) 20 mL 组成] 5.0 mL, 置水浴上加热 20 s, 冷却, 立即使用。

4.9.1.13 铅标准溶液: $\rho(\text{Pb}) = 0.01 \text{ mg/mL}$ 。临用前, 用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

4.9.1.14 酚酞指示液: 10 g/L。

4.9.2 仪器

4.9.2.1 天平: 感量 0.01 g。

4.9.2.2 瓷坩埚: 25 mL。

4.9.2.3 高温炉: 温度能控制在 $550^\circ\text{C} \pm 15^\circ\text{C}$ 。

4.9.2.4 比色管: 25 mL。

4.9.2.5 移液管: 2 mL。

4.9.3 分析步骤

称取 2.0 g 试样, 置于坩埚中, 缓慢加热至炭化。放冷至室温。加硫酸(4.9.1.4) 1 mL 使湿润。低温加热至硫酸除尽后, 加硝酸(4.9.1.5) 0.5 mL。蒸干至烟雾除尽后, 放冷。在 550°C 高温炉(4.9.2.3)中至完全灰化。放冷, 加盐酸(4.9.1.6) 2 mL。置水浴上蒸干后加水 15 mL。滴加氨水溶液(4.9.1.10)至对酚酞指示溶液(4.9.1.14)显中性。再加乙酸盐缓冲溶液(4.9.1.11) 2 mL。微热溶解后, 置于甲比色管中, 加水稀释成 25 mL。用移液管(4.9.2.5)量取 2 mL 铅标准溶液(4.9.1.13)于乙比色管中, 加乙酸盐缓冲溶液(4.9.1.11) 2 mL, 加水至 25 mL。在甲、乙两比色管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.9.1.12)各 2 mL, 摇匀。放置 2 min。同置白纸上, 自上向下透视。甲管中显出的颜色与乙管比较, 不得更深。

4.10 甲酸和易氧化物的测定

4.10.1 试剂和溶液

4.10.1.1 硫酸(H_2SO_4)。

4.10.1.2 重铬酸钾溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。取 0.5 g 重铬酸钾, 加水使溶解成 100 mL。

4.10.1.3 碘化钾溶液: 165 g/L。取 16.5 g 碘化钾, 加水使溶解成 100 mL。

4.10.2 分析步骤

将 2.5 g 试样,溶于 5 mL 水中。加入 2.5 mL 重铬酸钾溶液(4.10.1.2)和硫酸(4.10.1.1)6 mL,放置 1 min。加入 20 mL 水,冷却到 15℃,加入 1 mL 碘化钾溶液(4.10.1.3),溶液应立刻显黄色或棕色。

4.11 醛的测定

4.11.1 试剂和材料

4.11.1.1 氯化汞溶液:65 g/L。取 6.5 g 氯化汞,加水使溶解成 100 mL。

4.11.1.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。取 4 g 氢氧化钠,用水溶解,冷却后加水至 100 mL。

4.11.1.3 硫酸溶液:200 g/L。

4.11.1.4 蒸馏瓶:50 mL。

4.11.2 分析步骤

将 5.0 g 试样,溶解于 10 mL 水中,蒸馏。收集最初蒸出的 5 mL 蒸馏液,加入 10 mL 氯化汞溶液(4.11.1.1)并用氢氧化钠溶液(4.11.1.2)调至碱性,放置 5 min。用硫酸溶液(4.11.1.3)酸化,溶液应澄清或仅出现轻微混浊。

5 检验规则

5.1 组批规则

同一班组生产的,原料相同,以最后一道工序加工后装袋的饲料级双乙酸钠成品为一检验批。

5.2 抽样方法

按 GB/T 14699.1 的规定。

5.3 检验分类

5.3.1 出厂检验

每批产品必须进行出厂检验。检验项目为乙酸钠、乙酸、水分、铅、砷含量。检验合格并附合格证入库或出厂。

5.3.2 型式检验

本标准中规定的所有项目为型式检验项目。

有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 长期停产,恢复生产时;
- b) 原料变化或改变主要生产工艺时;
- c) 国家质量监督机构或行业主管部门提出进行型式检验的要求时;
- d) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时;
- e) 每年至少进行一次型式检验。

5.4 判定规则

若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍的包装中抽样进行复验。复验结果即使只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 包装、运输、贮存

6.1.1 标签

产品标签按 GB 10648 的规定执行。

6.1.2 包装

饲料级双乙酸钠应使用密闭容器或双层塑料袋包装。

6.1.3 运输

产品运输应保证运输工具的洁净,防止受农药、化学药品等有毒有害物质的污染。防止雨淋。

6.1.4 贮存

贮存仓库应清洁,干燥,防止雨淋、受潮。不能与农药、化学药品等有毒有害物质一起贮存。

参 考 文 献

- [1] FAO/WHO(JECFA), Compendium of food additive specifications, volume 2. Food and Agriculture Organization of the United Nations Rome, 1992.
 - [2] Committee on Food Chemicals Codex, Food Chemicals Codex, fourth edition, effective July 1, 1996, National Academy Press, Washington, D. C. 1996.
-