

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 920—2004

饲料级 富马酸

Feed grade fumaric acid

2005-01-04 发布

2005-02-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准在参考了美国药典(USP 26, 2003)、食品添加剂规格要览(Compendium of Food Additive Specification, JECFA, 1999)和(美国)食品化学药典(第四版)(Food Chemicals Codex, 1996, Fourth Edition, 即 FCC IV)并在科学实验的基础上制定的。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

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:国家饲料质量监督检验中心(北京)、南京恩特精细化工厂、农业部饲料质量监督检验测试中心(呼和浩特)。

本标准主要起草人:田河山、马东霞、艾学银、李玉芳、田静、常秉文、杨曙明。

饲料级 富马酸

1 范围

本标准规定了饲料级富马酸的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于饲料级富马酸。该产品在饲料中作为酸度调节剂、调味剂。

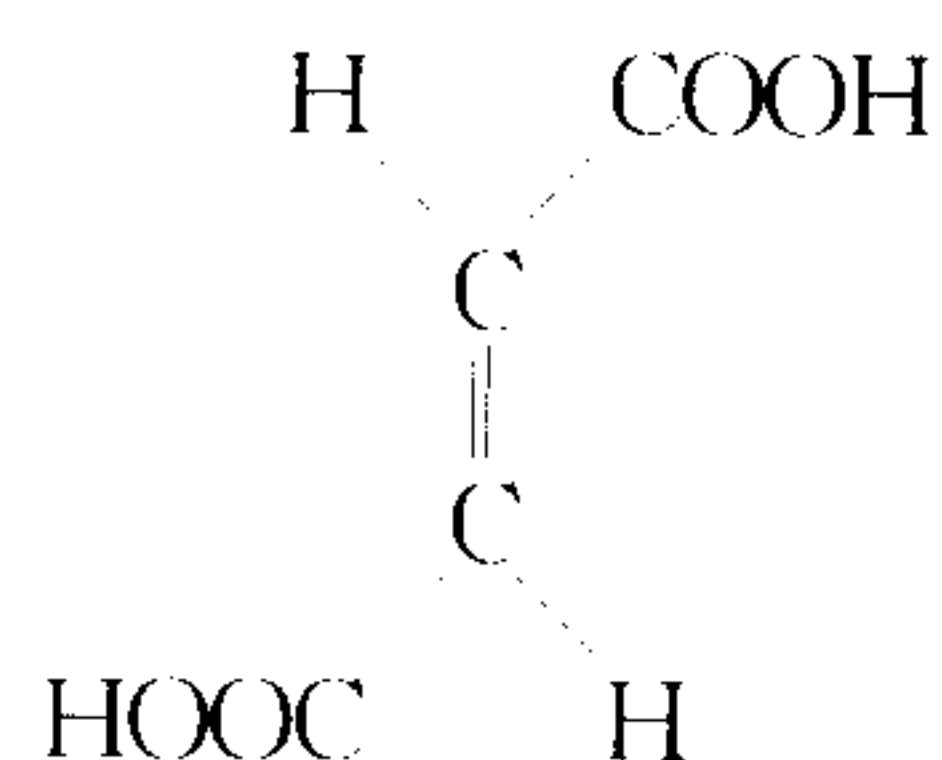
化学名称:反-丁烯二酸,反-1,2-丁二酸

分子式: $C_4H_4O_4$

相对分子质量:116.07

CAS号:110-17-8

结构式:



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 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法(砷斑法)

GB 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验法

GB 10648—1999 饲料标签

GB/T 16764 配合饲料企业卫生规范

《中华人民共和国药典》2000年版

3 要求

3.1 感观

无嗅,白色晶体粉末或细粒。溶于乙醇,微溶于水和二乙醚。

3.2 富马酸技术指标

技术指标应符合表1要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
富马酸, %	≥99.0
干燥失重, %	≤0.5
灼烧残渣, %	≤0.1
熔点范围, ℃	282 ~ 302
重金属(以 Pb 计), %	≤0.001
砷(以 As 计), %	≤0.000 3

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在未注明其要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 规定的三级用水。
试验中所用标准滴定溶液、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 规定制备。
仪器、设备为一般实验室仪器和设备。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1 间苯二酚

4.1.1.2 硫酸

4.1.1.3 氢氧化钠溶液
40 g/L。

4.1.1.4 溴试液(TS-46)

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 溶解性

溶于乙醇,微溶于水和二乙醚。
4.1.2.2 pH:富马酸(1:30)水溶液的 pH 应为 2.0~2.5。按《中华人民共和国药典 2000 年版》附录 VI 中的“pH 值测定法”进行。

4.1.2.3 1,2-二羧酸

称取试样 50 mg 于干燥试管中,加间苯二酚(4.1.1.1)2 mg~3 mg 和硫酸(4.1.1.2)1 mL,摇动,于 130℃下加热 5 min,冷却。加水稀释至 5 mL,逐滴加入氢氧化钠(4.1.1.3)至碱性,冷却,用水稀释定容至 10 mL。在紫外灯下观察,应呈蓝绿色荧光。

4.1.2.4 双键

称取试样 0.5 g 于干燥试管中,加水 10 mL,煮沸溶液。于热溶液中加入溴试液(4.1.1.4)2 滴或 3 滴,溴试液的颜色应消失。

4.2 富马酸含量测定

4.2.1 原理

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定富马酸中的酸根。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 甲醇

4.2.2.2 酚酞指示剂
10 g/L 酚酞乙醇溶液。

4.2.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液

$c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$

4.2.3 含量的测定

称取 1 g 试样(准确至 0.000 1 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 甲醇(4.2.2.1),在热水浴上慢慢加热使其溶解,冷却后加酚酞指示剂(4.2.2.2)2 滴~3 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.2.3)滴定至出现粉红色,且 30 s 不褪色即为终点。同时进行空白试验。

富马酸含量 X_1 (以质量分数表示)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 0.05804}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

0.05804——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.0000 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的富马酸质量。

测定结果:取 2 次平行测定的算术平均值为结果,保留小数点后一位。

2 次平行测定结果绝对值之差小于等于 0.2%。

4.3 干燥失重的测定

4.3.1 测定方法

称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g),置于已在 105℃ 烘箱中干燥至恒重的称样皿内,在 105℃ 干燥 1 h,取出,放入干燥器中,冷却至室温,称量,直至恒重。

4.3.2 结果计算

干燥失重 X_2 (以质量分数表示)按式(2)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前的样品加称量瓶重,单位为克(g);

m_2 ——干燥后的样品加称量瓶量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

2 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。

4.4 灼烧残渣的测定

4.4.1 试剂

硫酸。

4.4.2 测定方法

称取试样 1 g(准确至 0.01 g),置于已在 700℃~800℃ 灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓加热至完全炭化。放冷后,加硫酸(4.4.1.1)0.5 mL~1 mL,使其湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入马福炉中,在 700℃~800℃ 下灼烧 1 h,取出,放入干燥器中,冷却至室温,称量,直至恒重。

4.4.3 结果计算

灼烧残渣 X_3 (以质量分数表示)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——坩埚加残渣重,单位为克(g);

m_2 ——坩埚重,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)

2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

4.5 溶点的测定

按《中华人民共和国药典 2000 年版》附录中的“熔点测定法(密闭毛细管,加速加热)”进行。

4.6 重金属的测定

重金属的测定按照 GB 8451—1987 执行。

4.7 砷的测定

砷的测定按照 GB 8450—1987 (砷斑法)执行。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 按照 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样,将采得的样品混匀后,按四分法缩至约 500 g,立即分装于 2 个清洁干燥的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存 3 个月备查。

5.3 饲料级富马酸应有生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的饲料级富马酸都应附有质量证明书。

5.4 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应自 2 倍的包装中采样重新进行复验,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 标签、包装、贮存和运输

6.1 标签

饲料级富马酸应在包装物上附有饲料标签,标签应符合 GB 10648—1999 中的规定。

6.2 包装

6.2.1 饲料级富马酸应包装在密封、避光的容器或内衬塑料食品级塑料袋的塑料编织袋。包装应完整,无漏洞,无污染和异味。

6.2.2 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。

6.2.3 包装材料应符合 GB/T 16764 的要求。

6.2.4 包装印刷油墨无毒,不应向内容物渗漏。

6.2.5 包装物不准许重复使用,供货方与使用方有协议者除外。

6.3 贮存

6.3.1 饲料级富马酸的贮存应符合 GB/T 16764 的要求。

6.3.2 饲料级富马酸应贮存在通风、阴凉、干燥处,防止避免阳光直射、雨淋、受潮,不得与有毒、有害物质混贮。

6.3.3 不合格的产品应做无害化处理,不应存放在富马酸贮存场所内。

6.4 运输

6.4.1 产品在运输中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与有毒、有害物质混装、混运。

6.4.2 运输作业应防止污染,保持包装的完整性。

6.4.3 饲料运输工具和装卸场地应定期清洗和消毒。

6.4.4 运输工具应符合 GB/T 16764 的要求。
