

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 930—2006
代替 NY 930—2005

饲料级甲酸

Feed grade formic acid

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准附录 A、附录 B 均为规范性附录。

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。

本标准负责起草单位：农业部饲料质量监督检验测试中心（成都）、拜耳（四川）动物保健有限公司。

本标准起草人：高庆军、廖峰、张宇红、陈红。

饲料级甲酸

1 范围

本标准规定了饲料级甲酸的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存等。

本标准适用于饲料级甲酸。该产品在饲料中作为酸化剂和防腐剂。

分子式: HCOOH

相对分子质量: 46.03 (按 1995 年国际相对原子质量)

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 190 危险货物包装标志

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 2093—1993 工业甲酸

GB 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位——铂—钴色号)

GB 6324.2 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法

GB 6678 化工产品采样总则

GB 6680 液体化工产品采样通则

GB 8170 数值修约规则

GB 10648 饲料标签

《全国产品质量仲裁检验暂行办法》

3 技术要求

3.1 外观

无色透明,无悬浮物液体。

3.2 甲酸技术指标

应符合表 1 要求。

表 1 甲酸技术指标

项 目	指 标
色度(铂—钴),号	≤ 10
甲酸含量, %	≥ 85.0
氯化物(以 Cl^- 计), %	$\leq 0.000\ 4$
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计), %	≤ 0.001
蒸发残渣, %	≤ 0.002
铅(Pb)含量, mg/kg	≤ 2.0

4 试验方法

试验中所用的标准溶液、标准滴定溶液、试剂和制品在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 规定制备。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂—钴色号)之规定进行。

4.2 甲酸含量的测定

4.2.1 原理

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.2 酚酞指示液:10 g/L 酚酞乙醇溶液。

4.2.3 实验室常用仪器、设备

4.2.4 分析步骤

称取 0.8 g~1 g 试样,精确至 0.000 2 g,放入预先盛有约 20 mL 无二氧化碳水(将蒸馏水用剑帷灯煮沸 10 min,冷却)的 100 mL 磨口三角瓶中,加 2 滴~3 滴酚酞指示液(4.2.2.2),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.2.1)滴定至呈浅粉色,30 s 不褪色即为终点。

4.2.5 结果的计算

用质量百分数表示的甲酸含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{cV_1 \times 0.046\ 03}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为升(L);

m ——甲酸试样的质量,单位为克(g);

46.03 ——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,以克表示的甲酸质量。

测定结果:取两次平行测定的算术平均值为结果,计算结果表示至小数点后一位。

4.2.6 允许差

两次平行测定结果差值不大于 0.2%。

4.3 氯化物的测定

4.3.1 原理

在硝酸酸性溶液中,试样中的氯离子与硝酸银生成氯化银,与标准比浊液进行比浊。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 硝酸溶液:1+2($V+V$)。

4.3.2.2 硝酸银溶液:50 g/L。

4.3.2.3 氯化物标准溶液:先按 GB 602 规定制备 1 mL 含有 0.000 1 g 氯(Cl^-)的标准溶液,再取此液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。1 mL 溶液含有 0.000 01 g 氯(Cl^-)。

4.3.3 实验室常用仪器、设备

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试液的制备

取 0.5 mL 甲酸试样(可根据甲酸试样含氯化物量,适当增减取样量),移入 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液,再加水至 25 mL,以此作为试液。

4.3.4.2 氯化物标准比浊液的制备

取氯化物标准溶液(4.3.2.4)10.0 mL 于 25 mL 比色管中,加入 2 mL 硝酸溶液,再加水至 25 mL,以此作为标准比浊液。

4.3.4.3 测定

在装有试液(4.2.4.1)和标准比浊液(4.4.4.2)的比色管中分别加入 1 mL 硝酸银溶液,放置 5 min,进行比浊,所呈浊度不得大于标准。

4.4 硫酸盐的测定

4.4.1 原理

试样中加入碳酸钠,使甲酸中硫酸根生成硫酸盐;在盐酸存在下加入氯化钡溶液生成硫酸钡,与氯化钡标准液进行比浊。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 盐酸溶液:1+2(V+V)。

4.4.2.2 氯化钡溶液:100 g/L,称取氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)11.7 g 溶于水,制成 100 mL 溶液。

4.4.2.3 碳酸钠溶液:100 g/L,称取无水碳酸钠 10 g,溶于水制成 100 L 溶液。

4.4.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有 0.000 1 g 硫酸根(SO_4^{2-})。

4.4.3 实验室常用仪器、设备

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试液的制备

取 10.0 mL 甲酸试样(可根据甲酸试样含硫酸盐量,适当增减取样量),放入蒸发皿中,加 0.2 mL 碳酸钠溶液(4.4.2.5)在水浴上蒸发至干,加 1 mL 盐酸溶液(4.4.2.2)使残渣溶解,用适量的水定量转移于 50 mL 比色管中,再加水至 25 mL,以此作为标准比浊试液。

4.4.4.2 硫酸盐标准比浊液的制备

取 2.5 mL 的硫酸盐标准溶液(4.4.2.5)于一系列 50 mL 比色管中,各加 1 mL 盐酸溶液(4.4.2.2),再加入水至 25 mL,以此作为标准试液。

4.4.4.3 测定

在装有试液(4.4.4.1)和标准比浊液(4.4.4.2)的比色管中分别加入 2 mL 氯化钡溶液(4.4.2.3)摇匀,放置 30 min 进行比浊,所呈浊度不得大于标准。

4.5 蒸发残渣的测定

4.5.1 测定

取 25.0 mL 甲酸试样于已恒重的 50 mL 石英蒸发皿中,然后按 GB 6324.2 规定进行。

4.5.2 结果的计算

用质量百分数表示的蒸发残渣含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1)}{V_2 \times \rho} \times 100 \quad (2)$$

式中:

m_1 ——石英蒸发皿质量,单位为克(g);

m_2 ——石英蒸发皿和蒸发残渣的质量,单位为克(g);

V_2 ——试样体积,单位为毫升(mL);

ρ ——甲酸密度(由甲酸含量和室温从附录 B 中查出),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

测定结果:取两次平行测定的算术平均值为结果,计算结果表示至小数点后一位。

4.5.3 允许差

两次平行测定结果的相对偏差不大于 15%。

4.6 铅含量的测定

4.6.1 原子吸收分光光度法

用移液管移取 20.0 mL 甲酸产品溶液于 50 mL 容量瓶中,在 283.3 nm 下,以空气—乙炔火焰测定。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 盐酸:优级纯。

4.6.2.2 硝酸:优级纯。

4.6.2.3 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3) = 6 \text{ mol/L}$,量取 38 mL 硝酸,加水至 100 mL。

4.6.2.4 铅标准储备液:精确称取 0.159 8 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ 加硝酸溶液(4.6.2.3)10 mL,全部溶解后,转入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,该溶液为每毫升 0.1 mg 铅(也可直接购买)。

4.6.2.5 铅标准工作液:精确吸取 1 mL 铅标准储备液(4.6.2.4),加入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度。

此溶液为每毫升 1 μg 。

4.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计,配有空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 取 5 个 50 mL 容量瓶,分别取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铅标准工作溶液(4.6.2.5),并依次加入 5 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,用空气—乙炔火焰,在波长 283.3 nm 处,测定上述溶液的吸光度。以加入标准溶液中铅的质量为横坐标,相应的吸光值为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.4.2 准确取 20.0 mL 甲酸产品溶液于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上与工作曲线相同的条件测出吸光度,在工作曲线上查出相应的铅质量。

4.6.5 分析结果

以质量百分数表示的铅(Pb)含量(X_3)按式(3)计算

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0)}{V_3 \times \rho_t} \times 100 \quad (3)$$

式中:

m_1 ——工作曲线上查得的试样中铅的质量,单位为微克(μg);

m_0 ——工作曲线上查得的空白试验的铅的质量,单位为微克(μg);

V_3 ——移取试样体积,单位为毫升(mL);

ρ_t ——试验温度下甲酸溶液的密度(由甲酸含量和室温表从附录 B 查出),单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

测定结果:取两次平行测定的算术平均值为结果,计算结果表示至小数点后二位。

4.6.6 重复性

两次平行测定结果相对偏差不大于 15%。

5 检验规则

5.1 饲料用甲酸应由生产厂的质量监督部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要

求。

5.2 用户有权按照本标准规定的技术指标、检验规则和检验方法进行验收。

5.3 每桶出厂的甲酸都应有合格证及批号。每批产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、净重、产品符合本标准要求说明及本标准编号。

5.4 在干燥阴凉的储存条件下,原包装保质期 2 年。

5.5 采样时,以同一批号产品为单位,用玻璃采样器取样。采样件数和采样方法按 GB 6678 和 GB 6680 规定进行。所采样品总量不少于 1 L。

5.6 将采取的样品摇匀后,等量分装于 3 个清洁、干燥带磨口塞的细口瓶中。瓶上贴上标签注明:生产厂名、产品名称、批号和采样日期,两瓶供检验用,另一瓶保存 3 个月,以备查验。

5.7 检验中,如有一项技术指标不符合本标准要求,应重新选取两倍量的包装单元,从中取样进行复检。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批甲酸为不合格。

5.8 当供需双方对产品质量发生争议时,按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定进行仲裁。

5.9 执行本标准时采用修约值比较法判定结果,按 GB 1250 中修约值比较法规定进行。数值修约按 GB 8170 规定进行。

6 标志、标签

6.1 饲料用甲酸包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、净重、“饲料用”字样、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及标准编号,并附具符合 GB 190 规定的危险货物包装标志。

6.2 每批出厂的饲料用甲酸都应附有印刷的牢固清晰的标签,标签内容应符合 GB 10648 要求。

7 包装、运输、贮存

7.1 饲料用甲酸包装于无毒、无害塑料桶,净重 25 kg 或 50 kg。

7.2 本产品应放在通风、阴凉的仓库中,避免与氨、硫酸、硝酸等存放在一起。

7.3 运输时,应符合危险品运输规定,避免曝晒、雨淋;搬运时,搬运人员应备有相应防护用品。

附录 A

(规范性附录)

甲酸密度的测定

将甲酸试样盛入 250 mL 量筒中,测定其温度,当试样温度达到 15℃~30℃时,将校正过的刻度范围为 1.180~1.220、分度值为 0.002 的密度计轻轻插入。当温度比较稳定时,按液面下边缘读其视密度。

按式(A.1)将视密度换算为 20℃的密度。

$$\rho_{20} = \rho_t + r \times (t - 20) \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ρ_t ——试验温度下甲酸溶液之视密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

t ——试验温度,单位为摄氏度(℃);

r ——甲酸溶液密度温度修正系数,当甲酸含量 85%~92%时, $r=0.0012$ 。

附录 B
(规范性附录)
甲酸密度表

密度 ρ g/cm^3 甲酸含量, %	室 温	15℃	20℃	25℃	30℃
85.0		1.201 4	1.195 3	1.189 4	1.183 5
85.5		1.202 4	1.196 4	1.190 3	1.184 4
86.0		1.203 4	1.197 4	1.191 2	1.185 4
86.5		1.204 3	1.198 4	1.192 1	1.186 3
87.0		1.205 3	1.199 4	1.193 1	1.187 3
87.5		1.206 3	1.200 3	1.194 1	1.188 3
88.0		1.207 2	1.201 2	1.195 0	1.189 0
88.5		1.208 1	1.202 1	1.196 0	1.190 0
89.0		1.209 0	1.203 0	1.197 0	1.190 8
89.5		1.210 0	1.203 8	1.197 8	1.191 7
90.0		2.210 6	1.204 5	1.198 5	1.192 6
90.5		1.211 7	1.205 5	1.199 4	1.193 5
91.0		2.212 8	1.206 5	1.200 4	1.194 3
91.5		2.213 7	1.207 5	1.201 3	1.195 1
92.0		1.214 5	1.208 3	1.202 0	1.195 8
92.5		1.215 4	1.209 1	1.202 9	1.196 7
93.0		1.216 3	1.209 9	1.203 7	1.197 4
93.5		1.217 3	1.210 8	1.204 4	1.198 3
94.0		1.218 2	1.211 5	1.205 3	1.199 0
94.5		1.219 1	1.212 4	1.206 1	1.199 8
95.0		1.220 0	1.213 3	1.206 9	1.200 5
95.5		1.220 8	1.214 2	1.207 7	1.201 6
96.0		1.221 7	1.215 1	1.208 5	1.202 2
96.5		1.222 5	1.215 8	1.209 3	1.203 0
97.0		1.223 5	1.216 7	1.210 1	1.203 6
97.5		1.224 3	1.217 7	1.210 8	1.204 2
98.0		1.225 1	1.218 3	1.211 6	1.205 0
98.5		1.225 8	1.219 1	1.212 3	1.205 7
99.0		1.226 6	1.219 8	1.213 1	1.206 4
99.5		1.227 3	1.220 5	1.213 8	1.207 2
100.0		1.228 2	1.221 2	1.214 5	1.207 7