

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 931—2005

饲料用乳酸钙

Feed grade calcium lactate

2005-09-21 发布

2005-12-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部畜牧兽医局提出并归口。

本标准由农业部饲料监督检验测试中心(呼和浩特)负责起草。

本标准主要起草人:郭莉珍、常秉文、武金凤、张大柱、张聚美、阴竹梅、张静祥。

饲料用乳酸钙

1 范围

本标准规定了饲料用乳酸钙的质量要求、试验方法、检验规则和标签、包装、运输、贮存。
本标准适用于乳酸和氢氧化钙(或碳酸钙)合成制得的乳酸钙。该产品用作饲料添加剂。

分子式: $(\text{CH}_3\text{CHOHCOO})_2\text{Ca}$

相对分子质量: 218.22(无水 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/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 6435 饲料水分的测定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 13080 饲料中铅的测定方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 感官要求

白色或乳白色结晶形粉末或粒状,无嗅。

3.2 质量指标

饲料用乳酸钙理化指标应符合表 1 要求。

表 1 饲料用乳酸钙质量指标

项 目	指标要求
乳酸钙含量(干基), %	≥ 97
溶解度	合格
干燥失重, %	< 21 (3 水盐) < 28 (5 水盐)
游离酸(以乳酸计), %	≤ 0.45
游离碱(以氢氧化钠计), %	≤ 0.05
挥发性脂肪酸	不得检出
镁及碱金属, %	≤ 1.5
砷(以 As 计), mg/kg	≤ 3
重金属(以 Pb 计), mg/kg	≤ 20

4 试验方法

在本分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。试验中所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 之规定制备。

4.1 抽样

样品的抽取按 GB/T 14699.1 的规定执行。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和材料

4.2.1.1 草酸铵溶液:40 g/L。

4.2.1.2 高锰酸钾溶液: $c(1/5 \text{ KMnO}_4)$ 约 0.1 mol/L。

4.2.2 鉴别方法

4.2.2.1 乳酸根鉴别

称取试样 1 g 于 50 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解,取 10 mL,滴加硫酸使其呈酸性,加 0.1 mol/L 的高锰酸钾溶液 3 滴~5 滴,加热,即发生乙醛的特殊臭味。

4.2.2.2 钙离子鉴别

在 10 mL 样品溶液中,滴加草酸铵溶液 3 滴~5 滴,即发生白色沉淀,能溶于盐酸,不溶于乙酸。

4.3 乳酸钙含量测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.3.1.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.3.1.3 钙混合指示剂:0.1 g 钙试剂羧酸钠盐与 20 g 已于 110℃ 干燥过的氯化钠混合研磨。

4.3.2 分析步骤

称取试样 0.35 g,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 三角瓶中,准确加入 25 mL EDTA 标准滴定溶液(4.3.1.2)、5 mL 氢氧化钠溶液(4.3.1.1)、0.1 g 钙混合指示剂(4.3.1.3)后,继续用 EDTA 标准滴定溶液滴定至蓝色。

4.3.3 分析结果的表述

以质量分数表示的乳酸钙含量(X)按式(1)计算

$$X = \frac{V \times C \times 0.2182}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试样时消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

C ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.2182 ——与 1.00mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的乳酸钙的质量。

4.3.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不得大于 0.5%。所得结果应表示至一位小数。

4.4 溶解度测定

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于比色管中,加入 20 mL 水,在水浴上加热溶解,溶液应无色,澄清。

4.5 干燥失重

按 GB/T 6435 规定方法测定。

4.6 游离酸及游离碱测定

4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.6.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.6.1.3 酚酞指示液： 10 g/L 。

4.6.2 分析步骤

称取 1 g 试样，精确至 0.01 g ，溶于 20 mL 无二氧化碳水中，加 2 滴酚酞指示液(4.6.1.3)，用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.1.2)滴定。滴定消耗量不超过 5.0 mL 或用 0.01 mol/L 盐酸标准滴定溶液(4.6.1.1)滴定，消耗量不超过 1.25 mL 。

4.6.3 计算公式

4.6.3.1 游离酸按式(2)计算：

$$\text{游离酸}(\%) = \frac{c_1 \times V \times 0.09}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.09 ——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、以克表示的乳酸的质量；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

4.6.3.2 游离碱按式(3)计算：

$$\text{游离碱}(\%) = \frac{c_3 \times V \times 0.04}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c_3 ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，单位为升(mL)；

0.04 ——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的氢氧化钠的质量；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

4.7 挥发性脂肪酸测定

4.7.1 试剂和材料

硫酸：分析纯。

4.7.2 分析步骤

称取试样 0.5 g ，精确至 0.01 g 。置于干燥的蒸发皿中，加入 1 mL 硫酸，在水浴上加热，不应有脂肪酸味逸出。

4.8 镁及碱金属测定

4.8.1 试剂和材料

4.8.1.1 草酸溶液： 50 g/L 。

4.8.1.2 甲基红指示液： 1 g/L 。

4.8.2 分析步骤

称取试样 1 g, 精确至 0.000 2 g, 加热溶于 40 mL 水中, 加 40 mL 草酸溶液(4.8.1.1), 加 2 滴甲基红指示液, 用氨水中和至溶液呈黄色, 稀释至 100 mL 摇匀。放置过夜, 过滤, 准确量取 50 mL 滤液于 100 mL 烧杯中, 加 1 mL 硫酸, 在水浴上蒸发至近干, 加热至硫酸蒸气逸尽。残渣用 25 mL 热水浸取, 过滤, 滤液置于恒质的坩埚中, 蒸干, 炭化至冒尽白烟, 移入 $800^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 的马福炉中灼烧 3 h, 冷却 40 min, 称量。残渣质量不得大于 7.5 mg。

4.8.3 计算公式

镁及碱金属按式(4)计算:

$$\text{镁及碱金属}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times V}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——为灼烧后坩埚加残渣的质量, 单位为克(g);

m_0 ——为恒质空坩埚质量, 单位为克(g);

V ——试样溶解液总体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样的质量, 单位为克(g);

V_1 ——从试样分解液中分取的体积, 单位为毫升(mL)。

4.9 砷的测定

按 GB/T 13079 规定的方法测定。

4.10 重金属测定

按 GB/T 13080 规定的方法测定。

5 检验规则

5.1 型式检验

本标准规定的所有项目为型式检验项目, 型式检验每三个月进行一次, 在更换原料或停产三个月以上重新生产时, 必须进行型式检验。

5.2 出厂检验

乳酸钙含量、干燥失重、游离酸及游离碱以及镁和碱金属为出厂检验项目。出厂检验由生产厂的质量检验部门进行检验, 生产厂应保证所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合格证。

6 判定规则

如果检验结果有一项指标不符合本标准要求, 应重新取样, 取样袋数加倍。如果检验结果仍不符合本标准要求时, 则判定该批产品为不合格品。

7 标签、包装、运输、贮存

7.1 标签

应符合 GB 10648 的要求。

7.2 包装

本产品装入铝箔聚乙烯袋等适当材料的包装袋中, 产品规格可根据用户要求自定。

7.3 运输

本产品运输过程中防止雨淋和受潮, 不得与有毒有害或其他有污染的物品混装、混运。

7.4 贮存

本产品应贮存在干燥、通风、清洁、卫生的室内仓库里。避免雨淋和受潮,不得与有毒物品混存。

7.5 保质期

在干燥阴凉的贮存条件下,在原包装中可以保质两年。
