

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1447—2007

饲料添加剂 苯甲酸

Feed additive Benzoic acid

2007-09-14 发布

2007-12-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

饲料添加剂 苯甲酸

1 范围

本标准规定了饲料添加剂苯甲酸的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和保质期。
本标准适用于以石油甲苯为原料,经催化氧化、精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸。该产品主要用作饲料的防腐剂、防霉剂和酸化剂。



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 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
- GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签

3 要求

3.1 外观和性状

本品为白色结晶体,微有安息香或苯甲醛气味。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

指标名称	指 标
苯甲酸, %	≥99.5
熔点, ℃	121~123
易氧化物试验	通过试验
重金属(以 Pb 计), %	≤0.001
砷(As), mg/kg	≤2
氯化物(以 Cl 计), %	≤0.014
水分, %	≤0.5
邻苯二甲酸, mg/kg	≤100
联苯类, mg/kg	≤100

4 试验方法

除非另有说明,在本分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水;分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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 的规定制备。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂

4.1.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.1.1.2 盐酸溶液:1+3。

4.1.1.3 三氯化铁溶液:100 g/L。

4.1.2 分析步骤

称取约 1 g 试样,溶于 20 mL 氢氧化钠溶液,加 1 滴三氯化铁溶液,生成赭色沉淀,再加盐酸溶液酸化,析出白色沉淀。

4.2 苯甲酸含量的测定

4.2.1 原理

以中性乙醇溶液为溶剂,酚酞为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样,根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量计算苯甲酸含量。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 95%乙醇。

4.2.2.2 中性乙醇溶液:量取 50 mL 95%乙醇,加 50 mL 水,混匀,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴至溶液呈粉红色。

4.2.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 0.25 g 经干燥的试样(在干燥器中放置 3 h),精确至 0.000 1 g,置于锥形瓶中,加 25 mL 中性乙醇溶液溶解,再加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至试验溶液呈粉红色。

4.2.4 结果计算

苯甲酸的含量 W_1 ,以质量分数(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{V \times C \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

C ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样称样量,单位为克(g);

M ——苯甲酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 122.12$)。

计算结果表示至小数点后两位。

取两次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大于 0.2%。

4.3 熔点的测定

按 GB/T 617 的规定进行。

4.4 易氧化物试验

4.4.1 原理

样品中易氧化物与高锰酸钾反应,反应完全后,试液呈高锰酸钾溶液的粉红色时为反应终点,以消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积数控制易氧化物的量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 硫酸。

4.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.4.3 分析步骤

在 100 mL 水中加 1.5 mL 硫酸,边煮边滴加高锰酸钾标准滴定溶液至粉红色,保持 30 s 不褪色。称取 1.0 g 试样,精确至 0.001 g,趁热溶于上述溶液,在约 70℃ 下,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至粉红色,保持 15 s 不褪色,滴定试样所用高锰酸钾标准滴定溶液不应超过 0.5 mL。

4.5 重金属(以 Pb 计)含量的测定

4.5.1 原理

用乙醇溶解试样,重金属与硫化钠生成棕色硫化物,与同等条件下的参比液比色。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 乙醇。

4.5.2.2 乙酸溶液:体积分数 5%。

4.5.2.3 硫化钠溶液:0.1 g/mL,1 g 硫化钠溶于 10 mL 水中,临用时配制。

4.5.2.4 铅标准储备液:0.1 mg/mL。

4.5.2.5 铅标准溶液:0.01 mg/mL,使用前用铅标准储备液(4.5.2.4)准确稀释 10 倍。

4.5.3 分析步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.001 g,置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 乙醇溶解,加 2 mL 乙酸溶液,用水定容到 25 mL,混匀,作为试验溶液。

另取一支同样的比色管,加 1.0 mL 铅标准溶液(4.5.2.5)和 2 mL 乙酸溶液,用水稀释至 25 mL 作为标准比色溶液。

在两支比色管中,分别加入 2 滴硫化钠溶液,混匀,放置 5 min 后,以白色为背景,从上方和侧方观察比较两管溶液的颜色,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

4.6 砷(As)含量的测定

4.6.1 原理

在酸性溶液中,以碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷,三价砷与新生态氢作用生成砷化氢气体,在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 盐酸。

4.6.2.2 盐酸溶液:1+3。

4.6.2.3 无砷锌粒。

4.6.2.4 碘化钾。

4.6.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.6.2.6 砷标准储备溶液:0.1 mg/mL。

4.6.2.7 砷标准工作溶液:1.0 $\mu\text{g/mL}$,临用时配制。用移液管移取 1.0 mL 砷标准储备溶液(4.6.2.6),置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.2.8 乙酸铅棉花。

4.6.2.9 溴化汞试纸。

4.6.3 仪器设备

定砷器。

4.6.4 分析步骤

称取 1 g 试样,精确到 0.001 g,置于 30 mL 瓷坩埚中,低温炭化至无烟后,转入高温炉于 550℃ 恒温灰化 3.5~4 h。取出冷却,缓慢加入 10 mL 盐酸溶液,待激烈反应过后,煮沸并转移到测砷瓶中,加水稀释至约 40 mL。加 6 mL 盐酸,摇匀,加 1 g 碘化钾和 5 滴氯化亚锡溶液,摇匀,放置 10 min。向测砷瓶中加入 3 g 无砷锌粒,立即塞上先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管并于暗处放置 1 h。取出溴化汞试纸观察,试样砷斑颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取 2 mL 砷标准工作溶液(4.6.2.7),从“加水稀释至约 40 mL”开始与试样同时同样处理。

4.7 氯化物(以 Cl 计)含量的测定

4.7.1 原理

试样中含有有机氯(芳香族氯化物)和无机氯化物,通过加入碳酸钙,在高温下灼烧,使有机氯转化为氯化钙,与无机氯一起溶入试样溶液。在酸性条件下,试样溶液中的氯离子与硝酸银溶液反应生成氯化银沉淀,其产生的浊度应不大于标准比浊溶液。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 碳酸钙。

4.7.2.2 硝酸溶液:1+9。

4.7.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

4.7.2.4 氯化物(Cl)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.7.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样和约 0.7 g 碳酸钙,精确至 0.001 g,置于瓷坩埚内,加少量水混合,于 100℃ ± 5℃ 干燥至无明显湿迹,在约 600℃ 灼烧 10 min,冷却,加 20 mL 硝酸溶液溶解残留物,并过滤溶液于 50 mL 比色管中,用 15 mL 水洗涤不溶物,洗液与滤液合并,加水至 50 mL 刻度,作为试验溶液。

另称取约 0.7 g 碳酸钙,精确到 0.001 g,加 20 mL 硝酸溶液溶解。当有不溶物时过滤,加 0.7 mL 氯化物(Cl)标准溶液,加水至 50 mL 刻度,作为标准比浊溶液。

在两溶液中各加 0.5 mL 硝酸银溶液,充分摇匀,放置 5 min,试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液。

4.8 水分

按照 GB/T 606 规定的方法测定试样中水分含量。

4.9 邻苯二甲酸试验

4.9.1 原理

将样品溶解于甲醇和 1% 乙酸的混合溶液中,用液相色谱法定量分析。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 甲醇。

4.9.2.2 乙酸溶液:体积分数 1%。

4.9.2.3 甲醇+1%乙酸混合液=2+3。

4.9.2.4 邻苯二甲酸标准储备液,100 μg/mL:称取 10 mg 邻苯二甲酸标准品,溶解于 30 mL 甲醇后,加 1%乙酸定容到 100 mL。

4.9.2.5 邻苯二甲酸标准工作液,1.0 μg/mL:取 1.0 mL 邻苯二甲酸标准储备液(4.9.2.4),用甲醇:1%乙酸混合液定容到 100 mL。

4.9.3 仪器设备

液相色谱仪,具有紫外检测器。

4.9.4 分析步骤

称取 1 g 试样,精确到 0.000 1 g,溶解于 20 mL 甲醇后,用乙酸溶液定容到 50 mL,作为试样测试液。分别取 20 μ L 邻苯二甲酸标准工作液和试样测试液进样。

4.9.5 仪器操作条件

色谱柱: C₁₈ 柱, 4.6 mm $\times$ 250 mm。

柱温: 40℃。

流动相: 甲醇 + 1% 乙酸混合液 = 3 + 7。

测定波长: 228 nm。

流速: 1 mL/min。

4.9.6 结果计算

样品中邻苯二甲酸的含量 W_2 , 以质量分数 (mg/kg) 表示, 按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{C_{st} \times A_s \times V}{A_{st} \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_s ——试样测试液的峰面积;

A_{st} ——邻苯二甲酸标准溶液的峰面积;

C_{st} ——邻苯二甲酸标准溶液的浓度, 单位为微克每升 (μ g/mL);

V ——试样测试液的体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样称样量, 单位为克 (g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.10 联苯类物质

4.10.1 原理

将样品溶解于 N,N-二甲基甲酰胺, 用苯甲酸丙酯为内标物定量测定 5 种联苯类杂质: 联苯; 2-甲基联苯; 3-甲基联苯; 4-甲基联苯; 苯甲酸苄酯的总含量。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 N,N-二甲基甲酰胺(DMF)。

4.10.2.2 混合标准工作液: 取苯甲酸丙酯(NPB)、联苯(BP)、2-甲基联苯(2MBP)、3-甲基联苯(3MBP)、4-甲基联苯(4MBP)、苯甲酸苄酯(BB)各 20 mg, 精确到 0.1 mg, 置于 50 mL 容量瓶中, 用 DMF 溶解, 加入 10.0 g 苯甲酸, 用 DMF 溶解定容。

4.10.2.3 苯甲酸丙酯(NPB)内标溶液, 10 mg/mL: 称取 250 mg NPB, 置于 25 mL 容量瓶中, 用 DMF 溶解定容。

4.10.3 仪器设备

气相色谱仪, 具有火焰光度检测器(FID)。

4.10.4 分析步骤

称取 5 g 试样, 精确到 0.001 g, 置于 25 mL 具塞量筒中, 加入 1.00 mL 苯甲酸丙酯(NPB)内标溶液, 用 DMF 定容至 25 mL, 摇匀, 作为试样测试液。分别取 1 μ L 混合标准工作液和试样测试液进样。

注意: 溶液配制好后即开始色谱试验, 以免出现干扰峰。

4.10.5 仪器操作条件

色谱柱: 熔融石英毛细管柱, 柱长 30 m, 内径 0.32 mm 和膜厚 1.00 μ m 的 CarboWax 20 M 或类似效果的色谱柱。

升温程序:100℃保持 1 min,以 3℃/min 速率升温到 230℃,保持 2 min。

载体气体:氮气。

分流比:1:10。

进样口温度:270℃。

检测器温度:250℃。

4.10.6 结果计算

联苯类物质组分 i 相对内标物的校正因子 f_i ,按式(3)计算:

$$f_i = \frac{A_{st} \times m_{ist}}{A_{ist} \times m_{st}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_{ist} ——混合标准工作液中联苯类物质组分 i 的质量,单位为毫克(mg);

m_{st} ——混合标准工作液中内标物的质量,单位为毫克(mg);

A_{ist} ——混合标准工作液中联苯类物质组分 i 的峰面积;

A_{st} ——混合标准工作液中内标物的峰面积。

待测样品中联苯类物质组分 i 的含量 W_i ,以质量分数(mg/kg)表示,按式(4)计算:

$$W_i = \frac{f_i \times m_s \times A_{is} \times 1\,000}{m \times A_s} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

f_i ——联苯类物质组分 i 相对内标物的校正因子;

m_s ——试样测试液中内标物的质量,单位为毫克(mg);

m ——试样称样量,单位为克(g);

A_{is} ——试样测试液中联苯类物质组分 i 的峰面积;

A_s ——试样测试液中内标物的峰面积。

待测样品中联苯类物质总含量 W_3 ,以质量分数(mg/kg)表示,按式(5)计算:

$$W_3 = W_{BP} + W_{2MBP} + W_{3MBP} + W_{4MBP} + W_{BB} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

W_{BP} ——试样测试液中联苯类物质组分 BP 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

W_{2MBP} ——试样测试液中联苯类物质组分 2MBP 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

W_{3MBP} ——试样测试液中联苯类物质组分 3MBP 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

W_{4MBP} ——试样测试液中联苯类物质组分 4MBP 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

W_{BB} ——试样测试液中联苯类物质组分 BB 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

计算结果保留三位有效数字。

5 检验规则

5.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验两类。

5.2 组批及抽样

以 1 000 kg 为一检验批,按每批袋数的 2% 选取试样,小批的不得少于 3 袋。从选出的袋数中,用取样工具伸入每袋 3/4 处,取出不少于 100 g 的样品。将取出的样品迅速混匀,用四分法缩分,装于清洁、干燥、带磨口的广口瓶(容量不少于 250 mL)中,蜡封或用封口膜封严。粘贴标签,注明生产厂名称、生产日期、品名、批号及取样日期,送交化验室及时分析。

5.3 出厂检验

5.3.1 产品在出厂前,应逐批进行出厂检验,检验合格后,方可允许出厂。

5.3.2 出厂检验项目

含量、熔点、重金属、砷、水分。

5.3.3 合格判定

出厂检验项目有一项不合格时允许加倍抽样进行复检。若复检仍不合格,则判该批产品为不合格。

5.4 型式检验

5.4.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品的试制定型鉴定;
- b) 正式生产后如材料及工艺有较大改变,有可能影响产品质量时;
- c) 正常生产时,每一年应进行一次周期性检验;
- d) 产品停产半年以上恢复生产时;
- e) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

5.4.2 对标准中规定的全部要求,进行检验即为型式检验。

5.4.3 合格判定

对产品先按出厂检验进行合格判定,对判定合格的产品再进行其他项目检验。其他项目有一项不合格,则判定该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存、保质期

6.1 标志

包装上应有牢固的标志,标签内容应按 GB 10648 的要求执行。

6.2 包装

包装袋采用铝箔袋或复合塑料袋。外包装为硬纸板箱。每件包装应附标签和产品合格证。

6.3 运输

本品不得与有毒、有害或其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、合运。

6.4 贮存

本品应贮存于避光、阴凉、干燥处,密闭保存。

6.5 保质期

在规定的贮存条件下,保质期 24 个月。
