

## 饲料级丙酸钙

## Feed grade calcium propionate

本标准适用于丙酸与碳酸钙反应制取的丙酸钙。本品添加在饲料中作防霉剂。

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

分子量：186.22(按1983年国际原子量)

## 1 技术要求

1.1 外观：本品为白色结晶颗粒或粉末，易溶于水，无臭或稍有丙酸臭味。

1.2 丙酸钙应符合表1要求。

表 1

%

指标名称		指标
含量〔以 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COO})_2\text{Ca}$ 干基计〕	$\geq$	98.0
水不容物	$\leq$	0.15
游离酸(以 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COO}$ 计)	$\leq$	0.11
游离碱(以 $\text{NaOH}$ 计)	$\leq$	0.06
重金属(以 $\text{Pb}$ 计)	$\leq$	0.002
砷	$\leq$	0.0002
干燥失重	$\leq$	9.5

## 2 检验方法

试验中所用试剂和水，在未注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

在未注明其他要求时，所用标准溶液按 GB 601—77《化学试剂 标准溶液制备方法》；杂质标准溶液按 GB 602—77《化学试剂 杂质标准溶液制备方法》；制剂及制品按 GB 603—77《化学试剂 制剂及制品制备方法》制备。

## 2.1 鉴别

## 2.1.1 试剂和溶液

2.1.1.1 硫酸(GB 625—77)：1+9 溶液；

2.1.1.2 盐酸(GB 622—77)；

2.1.1.3 草酸铵(HG 3—916—76)：4% (m/V) 溶液；

2.1.1.4 冰乙酸(GB 676—78)。

## 2.1.2 鉴别方法

2.1.2.1 丙酸：称取试样 0.5 g，溶于 50 ml 水中，加硫酸溶液(2.1.1.1) 5 ml。加热时应逸出丙酸的特异臭味。

2.1.2.2 钙：称取试样 0.5 g，溶于 50 ml 水中，加草酸铵溶液(2.1.1.3)即产生白色沉淀，分离之，沉淀不溶于乙酸(2.1.1.4)，但溶于盐酸(2.1.1.2)。

2.1.2.3 在较低的温度下灼烧试样,所得残渣加酸时会有气泡产生。

## 2.2 丙酸钙含量测定

### 2.2.1 试剂和溶液

2.2.1.1 乙二胺四乙酸二钠(GB 1401—78):  $C$  (EDTA-2Na)约为 0.05 mol/l 的标准溶液;

2.2.1.2 盐酸(GB 622—77):1+3 溶液;

2.2.1.3 三乙醇胺:化学纯,1+1 水溶液;

2.2.1.4 氢氧化钠(GB 629—81):20% ( $m/V$ ) 溶液;

2.2.1.5 钙-羧酸指示剂;

2.2.1.6 氯化钠(GB 1266—77);

2.2.1.7 钙红指示剂:1 g 钙羧酸指示剂与 99 g 氯化钠混匀研细,保存于棕色瓶中。

### 2.2.2 测定方法

试样预先在 120℃ 干燥 2 h,称取 1 g 干燥试样,称准至 0.0002 g,溶于 5 ml 盐酸(2.2.1.2)中,可微热至溶,转入 100 ml 容量瓶并且用水稀释至刻度。移取 25.00 ml 此溶液,加水 50 ml,加三乙醇胺溶液(2.2.1.3) 2 ml。用滴定管加乙二胺四乙酸二钠标准溶液(2.2.1.1) 20 ml,再加入氢氧化钠溶液(2.2.1.4) 10 ml,钙红指示剂(2.2.1.7) 0.1 g,立即继续用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,溶液由紫红色变成纯蓝色为终点。

### 2.2.3 结果的计算

丙酸钙[(CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>COO)<sub>2</sub>Ca]的百分含量按式(1)计算:

$$\frac{V \cdot C \times 0.1862}{m \times \frac{25}{100}} \times 100 = \frac{74.48 \times V \cdot C}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V$  ——乙二胺四乙酸二钠标准液用量,ml;

$C$  ——乙二胺四乙酸二钠标准液之浓度, mol/l;

$m$  ——试样质量, g;

0.1862——每毫摩尔丙酸钙的克数。

两个平行试样测定的结果之差不得大于 0.2%,以其算术平均值报告结果。

## 2.3 水不溶物的测定

称取试样 10 g,标准至 0.01 g,加 80℃ 热水 100 ml,搅拌至溶解,用已恒重的玻璃滤坩(孔径 5~15 μm)过滤,用 50 ml 热水洗涤数次,在 105℃ 下烘干 4h,滤渣重量不得大于 15 mg。

## 2.4 游离酸或游离碱的测定

### 2.4.1 试剂和溶液

2.4.1.1 酚酞(HG B 3039—59):1% ( $m/V$ ) 乙醇溶液;

2.4.1.2 氢氧化钠(GB 629—81):  $C$  (NaOH)约为 0.1 mol/l 的标准溶液;

2.4.1.3 不含二氧化碳的水;

2.4.1.4 盐酸(GB 622—77):  $C$  (HCl)约为 0.1 mol/l 的标准溶液。

### 2.4.2 测定方法

称取 2 g 试样,称准至 0.01 g,溶于 20 ml 不含二氧化碳的水(2.4.1.3)中,加 2 滴酚酞指示液(2.4.1.1),如溶液无色,加 0.3 ml 氢氧化钠标准溶液(2.4.1.2),应显粉红色;如溶液呈粉红色,加 0.3 ml 盐酸标准溶液(2.4.1.4),粉红色应退去。

## 2.5 重金属的测定

### 2.5.1 试剂和溶液

2.5.1.1 冰乙酸(GB 676—78):6% ( $V/V$ ) 溶液;

2.5.1.2 硫化钠(HG 3—905—76):称 1 g 硫化钠,用水溶成 10 ml,临用时新配;

2.5.1.3 铅标准溶液:1 ml 含 0.01 mgPb。按 GB 602—77 之规定配制,再稀释 10 倍。

#### 2.5.2 测定方法

称取 1 g 试样,称准至 0.01 g,置于 50 ml 比色管中,加 30 ml 水,2ml 乙酸溶液(2.5.1.1),用蒸馏水稀释至 50 ml,加 2 滴硫化钠溶液(2.5.1.2),放置 5 min,其颜色不得深于标准。

标准是取 2 ml 铅标准溶液(2.5.1.3)与试样同时同样处理。

### 2.6 砷的测定

#### 2.6.1 试剂和溶液

2.6.1.1 盐酸(GB 622—77):1+1 溶液;

2.6.1.2 碘化钾(GB 1272—77):16.5%(m/V)溶液;

2.6.1.3 氯化亚锡(GB 638—78):40%(m/V)盐酸溶液,一个月内有效;

2.6.1.4 无砷金属锌(GB 2304—80);

2.6.1.5 乙酸铅脱脂棉;

2.6.1.6 溴化汞试纸;

2.6.1.7 砷标准溶液:1 ml 含砷 0.001 mg。按 GB 602—77 之规定配制,再稀释 100 倍。

#### 2.6.2 测定方法

称取试样 1 g,称准至 0.01 g,置于广口瓶中,按 GB 610—77《砷测定法》中“1 砷斑法”之规定进行测定。

标准是取 2 ml 砷标准溶液(2.6.1.6),与试样同时同样处理。

### 2.7 干燥失重测定

#### 2.7.1 测定方法

称取 1 g 试样,准确至 0.0002 g,于已恒重的称量瓶( $\varnothing$  4.5 mm  $\times$  h 25 mm)中,放于 120℃ 恒温烘箱中,打开称量瓶盖,干燥 2 h,取出后在干燥器中冷却至室温,称量并至恒重。

#### 2.7.2 计算公式

干燥失重按式(2)计算:

$$\frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $m$  ——干燥前样品质量, g;

$m_1$  ——干燥后样品质量, g。

两个平行样的测定结果之差不得大于 0.1%,以其算术平均值报告结果。

## 3 验收规则

3.1 本品应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂产品均符合本标准的要求,每批出厂的产品都应附有质量证明书和使用说明。

3.2 使用单位可按照本标准规定进行验收,如供需双方对产品质量有异议时,可由国家授权的产品质量检验机构进行仲裁检验。

3.3 本品每批的重量不超过生产厂每班的产量。

3.4 取样方法:

3.4.1 按表 2 规定从每批产品中选取取样袋数。

表 2

每 批 总 袋 数	选 取 的 袋 数
<5	所有袋数
5~16	4
17~400	$\sqrt{\text{总袋数}}$
>400	20

3.4.2 用取样器通过 3/4 料层取样。每袋取样不少于 50 g。

3.4.3 将所取样品迅速混匀，按四分法缩分至 200 g。分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中。瓶上贴标签。注明：生产厂名称、产品名称、批号及取样日期。一瓶用于检验，一瓶保存 6 个月，以备仲裁分析用。

3.5 如检验中有一项指标不符合标准时，应重新自两倍量的包装中选取样品进行核验，此核验结果，即使只有一项指标不符合标准，则整批不能验收。

#### 4 包装、标志、贮存和运输

4.1 饲料级丙酸钙用内衬食品级塑料袋的塑料编织袋包装，每包净重 1 kg 或 5 kg。

4.2 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。

4.3 出厂产品应附有质量证明书，内容包括产品名称，生产厂名称，厂址，批号，批准文号，产品质量，本标准编号和化验员代号等。

4.4 本品应贮存在通风、阴凉、干燥处。

4.5 运输时不得与有毒有害物质混贮、混运。

#### 附加说明：

本标准由中华人民共和国农牧渔业部、中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由中国兽药监察所、北京化工研究院负责起草。

本标准主要起草人李美同、郭文林、毛华藻。