



中华人民共和国国家标准

GB ××××—20××

饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和 酸度调节剂 丙酸

Feed additives—Part 8: Preservatives and acidity regulators

Propionic acid

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件代替 GB/T 22145-2008《饲料添加剂 丙酸》，与原标准相比，除编辑性修改外，主要技术内容差异如下：

---依据《饲料原料目录》2016，珍珠岩不在原料范围之内，去掉正文范围中“珍珠岩”载体。

---丙酸技术指标增加“蒸发残渣， $\omega/\%$ ≤0.01；醛（以丙醛计） $\omega/\%$ ≤0.05（食品级）≤0.1（饲料级）；易氧化物（以甲酸计） $\omega/\%$ ≤0.05”。

---丙酸含量的测定改为滴定方法，增加鉴别试验。

---规范了标准技术指标铅的含量，由≤0.001%改为≤2mg/kg，单位由%改为mg/kg，与检测依据的标准 GB/T 13080 的规定一致。

---规范了标准技术指标砷的单位，由%改为mg/kg，与检测依据的标准 GB/T 13079 的规定一致。

---规范了色谱条件：增加了进样方式：分流，分流比 50: 1。

---规范表述计算公式。

本文件由农业农村部提出并归口。

饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 丙酸

1 范围

本文件规定了饲料添加剂丙酸的技术指标、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存等要求。

本文件适用于由工业合成精制而成的丙酸液体产品，或以丙酸为主要成份，以蛭石、玉米芯为载体制成的粉剂产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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 615	化学试剂	沸程测定通用方法
GB/T 4472	化工产品密度、相对密度测定通则	
GB 10648	饲料标签	
GB/T 13079	饲料中总砷的测定方法	
GB/T 13080	饲料中铅的测定	原子吸收光谱法

3 术语和定义

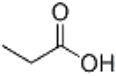
本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：丙酸

分子式： $C_3H_6O_2$

相对分子质量：74.08(按2016年国际相对原子量)

结构式：

5 技术要求

5.1 外观和性状

5.1.1 丙酸液体性状

本品为无色或微黄色液体，有刺激性气味。无杂质，无沉淀。

5.1.2 丙酸粉剂性状

按不同载体要求如下：

(a) 蛭石类：本品为棕色颗粒，具有闪光、可自由流动，有强烈的丙酸气味，不溶于水。

(b) 玉米芯类：本品为淡黄色粉末，可流动，有强烈的丙酸气味，不溶于水。

5.2 技术指标

技术指标见表1。

表1 丙酸技术指标

项 目	丙酸液体指标		丙酸粉剂指标
	食品级 (fcc级)	饲料级	
丙酸含量, %	≥99.5	≥99.5	占标示量的90.0~110.0
相对密度(20℃)	0.993~0.997	0.993~0.997	/
沸程范围(≥95%), °C	138.5~142.5	138.5~142.5	/
水分, %	≤0.15	≤0.15	/
铅, mg/kg	≤2	≤2	≤2
砷, mg/kg	≤3	≤3	≤3
蒸发残渣, %	≤0.01	≤0.01	/
易氧化物(以甲酸计), %	≤0.05	≤0.05	/
醛(以丙醛计), %	≤0.05	≤0.1	/

6 取样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

7 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水;试剂、溶液配制按GB/T 602、GB/T 603执行;仪器、设备为一般实验室仪器、设备。

7.1 试剂和材料

7.1.1 酚酞指示液: 1%乙醇溶液。

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

7.1.3 亚硫酸氢钠溶液: 12.5g/L。

7.1.4 碘标准滴定溶液: 0.1mol/L。

7.1.5 淀粉指示液: 1%。

7.1.6 溴, 分析纯。

7.1.7 乙酸钠溶液: 200 g/L。

7.1.8 碘化钾溶液: 250 g/L。

7.1.9 次溴酸钠溶液: 将15g氢氧化钠溶解于50mL蒸馏水中, 冷却至室温。加入6mL溴, 搅拌使之完全溶解, 用蒸馏水稀释定容至2L。

7.1.10 硫代硫酸钠标准滴定溶液: 0.1 mol/L。

7.1.11 丙酸标准品(色谱纯): 含量≥99.5%。

7.1.12 丙酸标准溶液: 准确称取丙酸标准品约0.5g, 精确到0.0001g。置于100mL容量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 此溶液每毫升约含5mg丙酸。

7.2 仪器和设备

7.2.1 气相色谱仪(FID检测器)。

7.3 鉴别试验

取1mL试样, 加3滴硫酸及1mL乙醇, 加热, 应具有芳香味。

7.4 丙酸含量的测定

7.4.1 丙酸液体的测定

7.4.1.1 分析步骤

称取1.5g试样，精确到0.0002g，于250mL锥形瓶中，加100mL新煮沸并冷却过的水，加2滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴至红色持续30s不退色为终点。

7.4.1.2 结果计算

丙酸的含量以质量分数 ω ，按式(1)计算：

$$\omega = \frac{M \times c \times V}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

C—氢氧化钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V—试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M—丙酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（M=74.08）；

m—试样的质量，单位为克（g）；

试验结果以平行测定结果的平均值为准（保留1位小数）。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的0.2%。

7.4.2 丙酸粉剂的测定

7.4.2.1 原理

样品中的丙酸经乙酸乙酯溶解，使用带有氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪进行测定，用外标对比法定量。

7.4.2.2 分析步骤

准确称取试样约0.5g（精确到0.0001g），立即用乙酸乙酯50mL溶解于100mL容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度（V）。

7.4.2.3 色谱条件

7.4.2.3.1 色谱柱

毛细管柱 Carbowax 20M 长 25m 内径0.25mm 液膜厚0.25 μ m

7.4.2.3.2 气体流速

氮气 1.0~2.0 mL/min 补充气40mL/min；

氢气 40mL/min；

空气 400mL/min。

7.4.2.3.3 温度

气化室 170℃；

检测器 200℃；

柱温 130℃。

7.4.2.3.4 进样量：1 μ L，分流，分流比50：1。

7.4.2.3.5 测定

准确称取试样约1.0g，精确到0.001g，立即用乙酸乙酯50mL溶解于具塞的100mL三角瓶中，用超声波提取10min，用中速滤纸过滤，取滤液25mL于50mL容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度（V），准备上机检测。

7.4.2.4 计算公式

试样中丙酸含量X以质量分数（%）表示，按式（4）计算：

式中：

$$X = \frac{As \times c \times V}{Ast \times m \times 1000} \times 10 \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

m—试样的质量，单位为克（g）；

V—试样提取定容体积，单位为毫升（mL）；

c —标准溶液浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

A_{st} —标准的峰面积，单位为 mm^2 (或 $uV \cdot S$)；

A_s —试样的峰面积，单位为 mm^2 (或 $uV \cdot S$)。

平行测定结果用算术平均值表示，保留三位有效数字。

7.4.2.5 重复性

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差应不大于15.0%。

7.5 相对密度的测定

按照GB/T 4472规定方法测定。

7.6 沸程范围的测定

按照GB/T 615规定方法测定。

7.7 水分的测定

按照GB/T606规定方法中的卡尔费休法测定。

7.8 砷的测定

按照GB/T 13079规定方法测定。

7.9 铅的测定

按照GB/T 13080规定方法测定。

7.10 蒸发残渣的测定

按照GB/T 9740规定方法测定。

7.11 醛（以丙醛计）的测定：

7.11.1 分析步骤

称取10 g试样，精确到0.001 g，于盛有50 mL水及10.0 mL亚硫酸氢钠溶液的250 mL具塞锥形瓶中，盖上塞子并剧烈振摇，放置30 min，加2 mL淀粉指示液，用碘标准滴定溶液滴至蓝色出现为终点。同时做空白试验。

7.11.2 结果计算：

试样中醛（以丙醛计）的含量 X 以质量分数（%）表示，按式（2）计算：

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 2 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots (2)$$

V_1 ——试样溶液所消耗的碘标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白溶液所消耗的碘标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——丙醛的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol） $M=58.08$ ；

c ——碘标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

2——摩尔换算系数。

7.12 易氧化物（以甲酸计）的测定：

7.12.1 分析步骤

用移液管准确移取25mL次溴酸钠溶液，置于250mL锥形瓶中，向锥形瓶内加入100mL蒸馏水和10mL乙酸钠溶液及10g试样（精确到0.001 g），摇匀，放置15min。加入5mL碘化钾溶液和10mL盐酸，用0.1mol/L硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定，到碘的颜色刚好消失作为终点。同时做空白试验。

7.12.2 结果计算

试样中易氧化物（以甲酸计）含量 X 以质量分数（%）表示，按（3）计算：

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 1000 \times 2} \times 100\% \quad \dots\dots (3)$$

V_1 ——试样溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——甲酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol） $M=46.03$ ；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

2——摩尔换算系数。

7.13 砷的测定

按照GB/T 13079规定方法测定，试样的处理参照湿消化法中的混合酸消解法。

7.14 铅的测定

按照GB/T 13080规定方法测定，试样溶解参照湿消化法中的高氯酸消化法。

8 检验规则

8.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验两类。

8.2 抽样方法：

抽样时，用清洁适用的抽样工具。将所取样品充分混合，每批样品分成两份，样品量为检验所需试样的三倍。一份供检验，另一份为备份样品。抽样应备有清洁、干燥、具有密闭性和避光的样品瓶，瓶上贴有标签并注明生产厂名称、品名、生产日期或批号及取样日期，送交化验室及时分析。

8.3 出厂检验

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。丙酸液体出厂检验项目：含量、相对密度、沸程范围、水分；丙酸粉剂出厂检验项目：含量、铅、砷。

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。

8.4 型式检验

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。

对标准中规定的全部要求，进行检验即为型式检验。

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。

8.5 判定规则

如果在检验中有一项指标不符合标准要求时，应重新抽样检验。产品重新检验仍有一项指标不符合标准要求时，则整批产品不能验收。

9 标签、包装、运输、贮存、保质期

9.1 标签

标签应符合GB 10648规定。

9.2 包装

应选择适合的包装材料包装。丙酸液体产品采用密封良好的容器；丙酸粉剂产品采用聚乙烯塑编复合膜袋包装，内衬聚丙烯薄膜袋。

9.3 运输

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。

9.4 贮存

应贮存于避光、阴凉、干燥处，密闭保存。

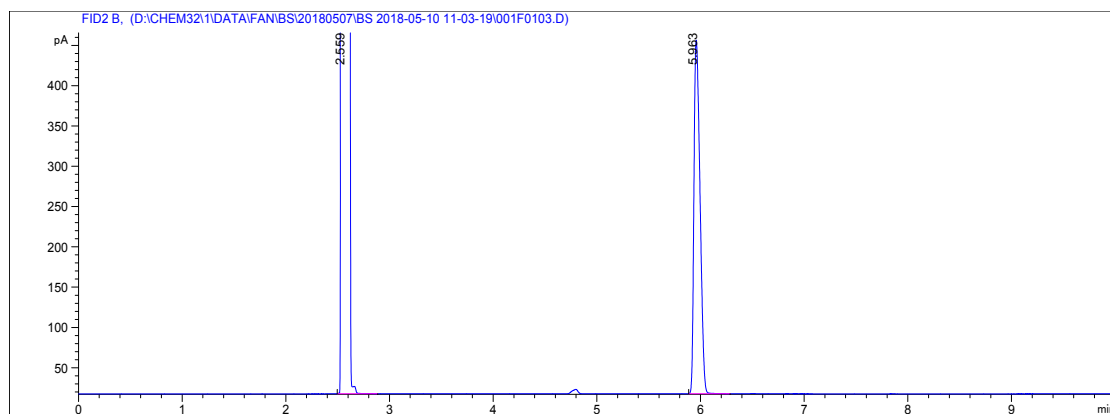
9.5 保质期

按规定包装，原包装保质期为12个月（开封后尽快使用）。

附录A
(资料性)

丙酸标准溶液气相色谱图

丙酸标准溶液气相色谱图见图A. 1



图A. 1 丙酸标准溶液 (5.0mg/mL) 气相色谱图 (2.559min溶剂峰, 5.963min丙酸)