



中华人民共和国国家标准

GB/T 17815—1999

饲料中丙酸、丙酸盐的测定

Determination of propionic acid, propionate in feeds

1999-08-10 发布

2000-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是根据日本农林水产省 1987 年发布并实施的《饲料分析基准》61 畜 B 第 3815 号 12.1《丙酸、丙酸钠或丙酸钙》制定的,在技术内容上与该标准等同。

本标准由全国饲料工业化技术委员会提出并归口。

本标准由国家饲料质量监督检验中心(武汉)负责起草。

本标准主要起草人:刘小敏、何一帆、高利红、张勇。

1 范围

本标准规定了气相色谱法测定饲料中丙酸、丙酸盐的方法。

本标准适用于用丙酸、丙酸盐作防腐剂的饲料中丙酸、丙酸盐的测定。

本标准适用于饲料中丙酸含量在 0.3% 以下丙酸、丙酸盐(以丙酸计)的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

将饲料样品在磷酸酸性条件下蒸馏,使用标准巴豆酸液作为气相色谱的内部标准物质,再用气相色谱仪(FID)测定馏出液。

根据此法可将饲料中的丙酸盐按丙酸定量。

4 试剂和溶液

本标准所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯。

实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

4.1 磷酸:优级纯(1+9)。

4.2 氯化钠。

4.3 硅油。

4.4 巴豆酸[C₄H₆O₂]。

4.5 丙酸[C₃H₆O₂]:色谱纯。

4.6 丙酸标准液

4.6.1 丙酸标准贮备液:准确称取 1.000 0 g 丙酸[C₃H₆O₂]于 100 mL 的容量瓶中,加水溶解,用水定容,摇匀。此液 1 mL 含 10 mg 丙酸。

4.6.2 丙酸标准中间工作溶液:移取 4.6.1 溶液 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容。此液 1 mL 含 1 mg 丙酸。

4.7 巴豆酸标准溶液

4.7.1 巴豆酸标准贮备液:准确称取 1.000 0 g 巴豆酸[C₄H₆O₂]于 100 mL 的容量瓶中,加水溶解,用水定容,摇匀。此液 1 mL 含 10 mg 巴豆酸。

4.7.2 巴豆酸标准中间工作溶液:移取 4.7.1 溶液至 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容。此液 1 mL 含 1 mg 巴豆酸。

4.8 丙酸-巴豆酸标准工作溶液:移取 4.6.2 溶液 5.00,10.00,20.00,30.00 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,准确地在各容量瓶中加入 10 mL 4.7.2 溶液,再用水定容,配制成丙酸-巴豆酸标准系列工作溶液(使用前配制)。

5 仪器、设备

- 5.1 气相色谱仪:具有氢火焰检测器。
- 5.2 氮气钢瓶:氮气纯度为 99.99%。
- 5.3 全玻璃蒸馏装置。
- 5.4 具滤膜过滤器:1 μm 滤膜。
- 5.5 调温电炉:1 000 W。
- 5.6 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 5.7 容量瓶:100 mL。

6 试样制备

取具有代表性样品,用四分法缩分至 200 g,粉碎至 0.42 mm(40 目),装于密封容器,防止样品成分变化或变质。

7 分析步骤

7.1 试样的蒸馏

称取 50 g(精确至 0.000 1 g)以下的试样(丙酸相当量为 10~100 mg)于 500 mL 的圆底烧瓶中,加入 200 mL 水,80 g 氯化钠(4.2),10 mL 磷酸(4.1)及 1~2 滴作为消泡剂的硅油,将烧瓶与事先已装入 20 mL 水的容器联接起来,进行水蒸气蒸馏,直至馏出液为 250 mL。在馏出液中加入 5 mL 标准巴豆酸贮备液,充分摇匀后用 1 μm 的膜滤器过滤制成试样液。

7.2 色谱条件

- 7.2.1 检出器:氢火焰检测器。
- 7.2.2 色谱柱:玻璃,内径 3 mm,长 2 m。
- 7.2.3 柱填充制:Chromosorb101,粒径 250,177 μm (60~80 目)。
- 7.2.4 载气(氮气):50 mL/min。
- 7.2.5 燃气(氢气):0.08 MPa(0.8 kg/cm²)。
- 7.2.6 助燃气(空气):0.2 MPa(2.0 kg/cm²)。
- 7.2.7 柱温:170℃。
- 7.2.8 进样口温度:200℃。
- 7.2.9 检测器温度:220℃。

7.3 测定

用微量进样器将一定量的上述试样液及各种定量的丙酸-巴豆酸标准工作溶液(4.8)注入气相色谱仪的柱内,得到色谱图。

8 分析结果计算和表述

8.1 饲料中丙酸、丙酸盐以丙酸计算

利用各种标准丙酸-巴豆酸的色谱图求出丙酸与巴豆酸的面积比,作出丙酸与巴豆酸的质量比的检量线。

从试样液的色谱图得到丙酸与巴豆酸的面积比中,利用检量线求出质量比,按式(1)算出试样中丙酸的含量:

$$\text{试样中的丙酸量}(\%) = \frac{A \times m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：A——根据检量线求出的丙酸与巴豆酸的质量比；

m_1 ——试样液中添加的巴豆酸的质量，g；

m ——分析使用的试样量，g。

8.2 结果表示

每个试样取两个平行样进行测定，以其算术平均值为结果，结果表示到 0.01%。

8.3 允许差

同分析者对同一试样同时或快速连续地进行两次测定，所得结果之间的相对偏差（丙酸盐换算成丙酸）应不大于 30%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中丙酸、丙酸盐的测定

GB/T 17815—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1999年11月第一版 1999年11月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-16245 定价 8.00 元

*

标 目 391—30



GB/T 17815-1999