

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3971—2021

饲料添加剂 二丁基羟基甲苯

Feed additive—Butylated hydroxytoluene (BHT)

2021-11-09 发布

2022-05-01 实施

中华人民共和国农业农村部 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：南京农业大学、江苏迈达新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：王恬、陈福新、张莉莉、倪合清、朱志宏、索潇萌、杨香莲。

饲料添加剂 二丁基羟基甲苯

1 范围

本文件规定了饲料添加剂二丁基羟基甲苯(BHT)的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、储存和保质期。

本文件适用于以对甲酚、异丁烯为主要原料,用酸性催化剂进行烷基化反应的生成物,经精馏、重结晶制得的饲料添加剂二丁基羟基甲苯。

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(包括所有修改单)适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- 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 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

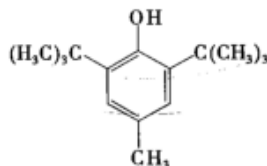
4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:2,6-二叔丁基对甲基苯酚,CAS号:128-37-0。

分子式: $C_{15}H_{24}O$ 。

相对分子质量:220.36(按2016年国际相对原子质量)。

结构式:



5 技术要求

5.1 外观与性状

无色、白色或类白色结晶或结晶性粉末。

5.2 鉴别

符合要求。

5.3 理化指标

应符合表1的规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标
二丁基羟基甲苯含量, %	≥99.5
水分, %	≤0.06
熔程, °C	69.0~72.0
灼烧残渣, %	≤0.01
游离酚(以对甲酚计), %	≤0.02
色度(Pt-Co), 黑曾单位	≤10
总砷(以 As 计), mg/kg	≤2.0
重金属(以 Pb 计), mg/kg	≤5.0

6 取样

按 GB/T 6679 的规定执行。

7 试验方法

7.1 感官检验

将试样置于清洁、干燥的玻璃培养皿中,在自然光线下观察其色泽和状态。

7.2 鉴别试验

7.2.1 分光光度法

7.2.1.1 试剂或材料

无水乙醇(色谱纯)。

7.2.1.2 仪器设备

7.2.1.2.1 紫外-可见分光光度计:带 1 cm 石英比色皿。

7.2.1.2.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

7.2.1.3 试验步骤

7.2.1.3.1 试样溶液制备

称取试样约 0.1 g,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中;加适量无水乙醇,置于超声水浴中超声 2 min,溶解、摇匀,并定容至 100 mL。精密量取上述溶液 1.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加无水乙醇稀释至刻度,摇匀,即得试样溶液。

7.2.1.3.2 测定

以无水乙醇做参比,用 1 cm 石英比色皿,试样溶液在 230 nm~320 nm 波长范围内扫描,在(278±2) nm 波长处应有最大吸收。

7.2.2 气相色谱法

按照附录 A 规定的方法执行,并符合 A.4.3.2 的定性要求。

7.3 二丁基羟基甲苯含量的测定

按照附录 A 规定的方法执行。

7.4 水分

称取试样约 5 g,精确至 0.000 1 g,加 40 mL 无水甲醇,充分溶解、摇匀,然后按 GB/T 606 的规定执行。

7.5 熔程

将试样研成细密的粉末,装入清洁、干燥的熔点管中,按 GB/T 617 的规定执行,记录初融温度和终融温度。

7.6 灼烧残渣

7.6.1 试剂或材料

浓硫酸(分析纯)。

7.6.2 仪器设备

7.6.2.1 马弗炉:温度可控制在 (800 ± 25) ℃。

7.6.2.2 分析天平:感量 0.001 g。

7.6.2.3 石英坩埚。

7.6.3 试验步骤

称取试样约 10 g,精确至 0.001 g,置于已恒重的石英坩埚中,先用小火缓慢加热至完全炭化,避免燃烧。待黄烟消失后,加约 1 mL 硫酸浸湿残渣,低温加热至硫酸蒸气逸尽,移入 (800 ± 25) ℃的马弗炉中灼烧至恒重。

7.6.4 试验数据处理

灼烧残渣的含量 w_1 ,数值以质量分数(%)表示,按公式(1)计算。

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧前恒重的石英坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后石英坩埚和试样质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示。

注:来源于 GB 1900—2010 中附录 A 的 A.6。

7.6.5 精密度

在重复性条件下,2 次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

7.7 游离酚(以对甲酚计)

7.7.1 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

7.7.1.1 水:GB/T 6682,三级。

7.7.1.2 氢氧化钠溶液(25 g/L):称取 25 g 氢氧化钠,精确至 0.1 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.7.1.3 盐酸溶液(1+1)。

7.7.1.4 碘化钾溶液(100 g/L):称取 100 g 碘化钾,精确至 0.1 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.7.1.5 淀粉指示液(10 g/L):称取 1 g 淀粉置于烧杯中,加入 5 mL 水使其呈糊状,在搅拌状态下将糊状物加到 90 mL 沸腾的水中煮沸 2 min,冷却,稀释至 100 mL,摇匀。临用现配。

7.7.1.6 溴标准溶液: $c(1/2Br_2)=0.1$ mol/L,按 GB/T 601 的规定配制并标定。

7.7.1.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L,按 GB/T 601 的规定配制并标定。

7.7.2 仪器设备

天平:感量 0.01 g。

7.7.3 试验步骤

称取试样约 10 g,精确至 0.01 g,置于 250 mL 锥形烧瓶中,加 50 mL 氢氧化钠溶液(7.7.1.2),于 65℃热水浴中振荡不少于 3 min,冷却,过滤至 250 mL 容量瓶中,滤渣用水洗涤数次,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度。吸取 100 mL 于 500 mL 碘量瓶中,精密加入 10.00 mL 溴标准溶液(7.7.1.6),加 10 mL 盐酸溶液(7.7.1.3),迅速加盖充分摇匀,用 5 mL 碘化钾溶液(7.7.1.4)封口,在 15℃以下静置 15 min,将碘化钾溶液(7.7.1.4)放入碘量瓶中,加盖振荡,用水封口,放置 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(7.7.1.7)滴定至浅黄色,加 5 mL 淀粉指示液(7.7.1.5),继续滴定至蓝色消失为终点。同时做空白试验。

7.7.4 试验数据处理

游离酚的含量 w_2 , 数值以质量分数(%)表示, 按公式(2)计算。

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 18.0}{m_4 \times 1000 \times (100/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_1 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);
- V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);
- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- m_4 ——试样质量的数值, 单位为克(g);
- 18.0 ——对甲酚($1/6 \text{ CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示。

7.7.5 精密度

在重复性条件下, 2次独立测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

注: 来源于 GB 1900—2010 附录 A 中的 A. 10。

7.8 色度

7.8.1 试剂或材料

7.8.1.1 水: GB/T 6682, 三级。

7.8.1.2 无水乙醇(分析纯)。

7.8.1.3 500 黑曾单位铂-钴标准储备液: 称取 1.000 g 六水合氯化钴、1.245 g 氯铂酸钾置于烧杯中, 用 100 mL 盐酸和适量水溶解, 移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。用 1 cm 比色皿、以水作参比, 用分光光度计按表 2 规定的波长测定溶液的吸光度, 其值应该在表 2 所列范围之内。500 黑曾单位铂-钴标准溶液置于具塞棕色瓶中, 避光保存, 有效期为 1 年。

表 2 500 黑曾单位铂-钴标准储备液吸光度允许范围

波长, nm	吸光度
430	0.110~0.120
455	0.130~0.145
480	0.105~0.120
510	0.055~0.065

7.8.1.4 10 黑曾单位铂-钴标准溶液: 精密量取 4.00 mL 500 黑曾单位铂-钴标准储备液, 置于 200 mL 棕色容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得。临用现配。

7.8.2 仪器设备

7.8.2.1 纳氏比色管: 50 mL 或 100 mL, 平底, 刻度线高度不得小于 100 mm。一套比色管的玻璃颜色和刻度线高度应相同。

7.8.2.2 紫外-可见分光光度计: 带 1 cm 石英比色皿。

7.8.2.3 分析天平: 感量 0.000 1 g。

7.8.3 试验步骤

称取试样约 1.25 g, 精确至 0.000 1 g, 置于比色管中, 用适量无水乙醇溶解, 用无水乙醇定容至 50 mL, 摇匀。

7.8.4 测定

静置 5 min 后, 在白色背景下沿比色管轴线方向, 用目测法与 10 黑曾单位的同体积铂-钴标准溶液比较, 不得更深。

7.9 总砷

按 GB/T 13079 的规定执行。

7.10 重金属(以 Pb 计)

7.10.1 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

7.10.1.1 水:GB/T 6682,三级。

7.10.1.2 硫酸。

7.10.1.3 盐酸。

7.10.1.4 乙酸溶液(1 mol/L):称取冰乙酸 60.6 g,精确至 0.000 1 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.10.1.5 硫化氢气体:将硫化亚铁与稀硫酸分别置于启普发生器中进行反应,制得硫化氢气体。

7.10.1.6 硫化氢饱和溶液:硫化氢气体(7.10.1.5)通入不含二氧化碳的水中(如流速为 80 mL/min 时,通气 1 h)。临用现配。

7.10.1.7 铅标准储备液(1 mg/mL):称取硝酸铅 0.159 8 g,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸与 50 mL 水,溶解后用水稀释至刻度,摇匀,作为储备液。室温保存,有效期为 6 个月。也可用商品化的铅标准储备液。

7.10.1.8 铅标准溶液(10 μ g/mL):精密量取铅标准储备液(7.10.1.7)1.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。临用现配。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 马弗炉:温度可控制在 500 $^{\circ}$ C~600 $^{\circ}$ C。

7.10.2.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

7.10.2.3 电热板: $\geq$ 800 W。

7.10.2.4 启普发生器。

7.10.2.5 纳氏比色管:50 mL 或 100 mL,平底,刻度线高度不得小于 100 mm。一套比色管的玻璃颜色和刻度线高度应相同。

7.10.2.6 坩埚。

7.10.3 试验步骤

7.10.3.1 试样测试管的制备

称取试样约 2 g,精确至 0.000 1 g,置于洁净的坩埚中。加 1 mL 硫酸(7.10.1.2)使之湿润,缓缓烧灼至硫酸蒸气除尽,在 500 $^{\circ}$ C~600 $^{\circ}$ C 灼烧至完全灰化,放冷,加 2 mL 盐酸(7.10.1.3)与 5 mL 水蒸干;加 15 mL 水与 2 mL 乙酸溶液(7.10.1.4),微热溶解后移入 50 mL 纳氏比色管中,冷却;加 10 mL 硫化氢饱和溶液(7.10.1.6),摇匀,放置 10 min,作为试样测试管(A)。

7.10.3.2 标准测试管的制备

取 50 mL 纳氏比色管,分别加入 1.00 mL 铅标准溶液(7.10.1.8)、15 mL 水及 2 mL 乙酸溶液(7.10.1.4),混匀;加 10 mL 硫化氢饱和溶液(7.10.1.6),摇匀,放置 10 min,作为标准测试管(B)。

7.10.3.3 对照测试管的制备

称取试样约 2 g,精确至 0.000 1 g,置于洁净的坩埚中。加 1 mL 硫酸(7.10.1.2)使之湿润,缓缓烧灼至硫酸蒸气除尽,在 500 $^{\circ}$ C~600 $^{\circ}$ C 灼烧至完全灰化,放冷,加 2 mL 盐酸(7.10.1.3)与 5 mL 水蒸干;加 15 mL 水与 2 mL 乙酸溶液(7.10.1.4),微热溶解后移入 50 mL 纳氏比色管中,冷却,加 1.00 mL 铅标准溶液(7.10.1.8);加 10 mL 硫化氢饱和溶液(7.10.1.6),摇匀,放置 10 min,作为对照测试管(C)。

7.10.3.4 测定

将测试管 A、B、C 同置于白纸上,自上向下透视。当 C 管中溶液显出的颜色不浅于 B 管时,A 管中溶液显示的颜色与 B 管比较,A 管所呈颜色浅于 B 管,判为符合规定。

8 检验规则

8.1 组批

以相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格产品为一批,最大不超过 5 t。

8.2 出厂检验

外观与性状、二丁基羟基甲苯含量、水分、熔程和游离酚(以对甲酚计)为出厂检验项目。

8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 章规定的所有项目。在正常生产情况下,每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 产品定型投产时;
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产 3 个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时,可自同批产品中重新加倍采样进行复检。复检结果即使有一项指标不符合本文件规定,则判定该批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中全数值比较法的规定执行。

8.4.4 理化指标检验结果判定的允许误差按 GB/T 18823 的规定执行。

9 标签、包装、运输、储存和保质期

9.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、不易破碎、不易撕裂、防渗透,产品包装应密封、牢固。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质共运。

9.4 储存

储存在通风、干燥处,储存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的运输、储存条件下,产品保质期为 12 个月。

附录 A

(规范性)

二丁基羟基甲苯的鉴别与含量测定——气相色谱法

A.1 原理

试样经无水乙醇溶解,用气相色谱仪测定,以标准溶液的二丁基羟基甲苯对照品色谱峰的保留时间定性,以试样中色谱峰面积归一化法定量。

A.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

A.2.1 无水乙醇:色谱纯。

A.2.2 二丁基羟基甲苯对照溶液制备:称取二丁基羟基甲苯对照品(含量 $\geq 99.0\%$,CAS号:128-37-0),约0.5 g,精确至0.000 1 g,置于10 mL容量瓶中,用无水乙醇(A.2.1)溶解并定容,摇匀。

A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器。

A.3.2 分析天平:感量0.000 1 g。

A.4 试验步骤

A.4.1 试样溶液制备

称取试样约0.5 g,精确至0.000 1 g,置于10 mL容量瓶中,用无水乙醇(A.2.1)溶解并定容,摇匀。

A.4.2 气相色谱参考条件

色谱柱:弱极性毛细管柱(键合,5%苯基+95%甲基聚硅氧烷毛细管柱),长30 m,内径0.32 mm,膜厚1.00 μm ,或性能相当者;

进样口温度:230 $^{\circ}\text{C}$;

检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;

柱温:起始温度150 $^{\circ}\text{C}$ 保持1.0 min,10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至210 $^{\circ}\text{C}$,保持3 min;

进样量:0.6 μL ;

分流比:1:50;

载气:氮气;

载气流速:30 mL/min;

尾吹气流速:20 mL/min;

氢气流速:30 mL/min;

空气流速:300 mL/min。

A.4.3 测定

A.4.3.1 参照品溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取对照溶液(A.2.2)和试样溶液(A.4.1)上机测定,记录色谱图,以峰面积归一化法定量。二丁基羟基甲苯对照品溶液的气相色谱图见附录B。

A.4.3.2 定性

以对照品溶液色谱峰保留时间定性,试样溶液中二丁基羟基甲苯保留时间应与浓度相当时对照品溶

液的二丁基羟基甲苯保留时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。

A.5 试验数据处理

试样中二丁基羟基甲苯的含量以面积分数 ω 计,数值以峰面积归一化法(%)表示,按公式(A.1)计算。

$$\omega = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ω ——二丁基羟基甲苯含量的数值,单位为百分号(%);

A ——试样溶液中二丁基羟基甲苯的峰面积;

A_i ——试样溶液中组分 i 的峰面积。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

A.6 精密度

在重复性条件下,2 次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 0.1%。

附录 B

(资料性)

二丁基羟基甲苯对照品溶液的气相色谱图

二丁基羟基甲苯对照品溶液(50 mg/mL)的气相色谱图见图 B. 1。

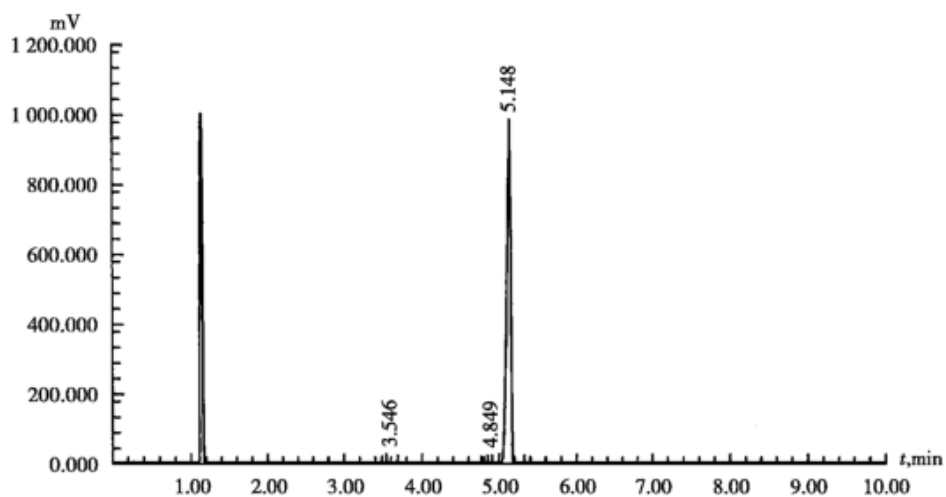


图 B. 1 二丁基羟基甲苯对照品溶液(50 mg/mL)的气相色谱图