ICS 65.120
B 46

# 中华人民共和国国家标准

GB 7298-201X
代替 GB/T 7298-2006

# 饲料添加剂　维生素 $B_6$（盐酸吡哆醇）

Feed additive—Vitamin $B_6$
（Pyridoxine hydrochloride）

（报批稿）

201X-XX-XX 发布　　201X-XX-XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　　发布

# 前　言

本标准的第 1 章、第 3 章和第 5 章为强制性的，其余为推荐性的。
本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。
本标准代替 GB/T 7298-2006《饲料添加剂　维生素 $B_6$》。
本标准与 GB/T 7298-2006 相比，主要技术内容差异如下：
——修订了“重金属”指标和检测方法；
——增加了“红外鉴别”；
——增加了“总砷”的限量要求和检测方法；
——删除了“熔点”指标。
本标准由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。
本标准起草单位：上海市兽药饲料检测所、中国饲料工业协会、浙江省饲料监察所。
本标准主要起草人：王蓓、华贤辉、曹莹、任玉琴、刘彬、施杏芬、蒋音、闵钰婷。
本标准所代替标准的历次版本发布情况为：
GB/T 7298-1987、GB/T 7298-2006。

# 饲料添加剂　维生素 $B_6$（盐酸吡哆醇）

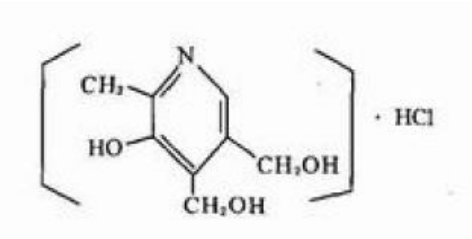
## 1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 $B_6$（盐酸吡哆醇）产品的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以化学合成法制得的饲料添加剂维生素 $B_6$（盐酸吡哆醇）。

化学名称：6-甲基-5-羟基-3，4-吡啶二甲醇盐酸盐

结构式：




分子式：$C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$

相对分子质量：205.64（按 2007 年国际相对原子质量）

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB 10648 饲料标签

GB/T 14699.1　饲料　采样

## 3 要求

### 3.1 外观和性状

本品为白色至微黄色的结晶性粉末，无臭，味酸苦，遇光渐变质。本品在水中易溶，在乙醇中微溶，在三氯甲烷或乙醚中不溶。

### 3.2 技术指标

应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

| 项　　目 | 指　　标 |
| --- | --- |
| 维生素 $B_6$(盐酸吡哆醇)含量(以 $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ 干基计)，% | 98.0~101.0 |
| pH 值（5%水溶液） | 2.4~3.0 |
| 干燥失重，% | ≤0.5 |
| 灼烧残渣，% | ≤0.1 |
| 重金属（以 Pb 计），mg/kg | ≤10 |
| 总砷（As），mg/kg | ≤2 |

## 4 试验方法

本标准的检验方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、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　仪器和设备

4.1.1　酸度计。

4.1.2　红外分光光度仪。

4.1.3　分析天平：感量 0.0001g。

4.1.4　恒温干燥箱。

4.1.5　马福炉。

### 4.2　鉴别

#### 4.2.1 试剂与溶液

4.2.1.1 硝酸。

4.2.1.2 乙醇。

4.2.1.3 氨水。

4.2.1.4 硼酸。

4.2.1.5 乙酸钠。

4.2.1.6 硝酸银。

4.2.1.7 氯亚胺基-2，6-二氯醌。

4.2.1.8 硝酸溶液：取硝酸（4.2.1.1）105mL，加水稀释至1000mL。

4.2.1.9 氨试液：取氨水（4.2.1.3）40 mL，加水稀释至100 mL。

4.2.1.10 硼酸溶液：取硼酸（4.3.1.4）4g，加水溶解并稀释至100mL。

4.2.1.11 乙酸钠溶液：取乙酸钠（4.3.1.5）20g，加水溶解并稀释至100mL。

4.2.1.12 硝酸银溶液：取硝酸银（4.3.1.6）17.5g研细，加水溶解并稀释至1000mL。

4.2.1.13 氯亚胺基-2，6-二氯醌乙醇溶液：取氯亚胺基-2，6-二氯醌（4.3.1.7）0.5g，加乙醇（4.3.1.2）溶解并稀释至100mL。

4.2.2 鉴别试验

4.2.2.1 称取试样约10mg，加水100mL溶解后，各取1mL，分别置甲、乙两个试管中，各加质量浓度为乙酸钠溶液（4.2.1.11）2mL，甲管中加水1 mL，乙管加质量浓度为硼酸溶液（4.2.1.10）1 mL，混匀，各迅速加质量浓度为氯亚胺基-2，6-二氯醌乙醇溶液（4.2.1.13）1 mL，甲管中显蓝色，几分钟后即消失，并转变为红色，乙管中不显蓝色。

4.2.2.2 取4.2.2.1中试样的水溶液，加氨试液（4.2.1.9）使成碱性，再加硝酸溶液（4.2.1.8）使成酸性后，加硝酸银溶液（4.2.1.12），即产生白色凝胶状沉淀；分离，加氨试液（4.2.1.9），沉淀即溶解，再加硝酸溶液（4.2.1.8），沉淀复生成。

4.2.2.3 按照红外分光光度法测定，试样的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致（对照图谱参见附录A）。

4.3 维生素 $B_6$(盐酸吡哆醇)含量

4.3.1 试剂与溶液

4.3.1.1 冰乙酸。

4.3.1.2 乙酸汞。

4.3.1.3 高氯酸。

4.3.1.4 结晶紫。

4.3.1.5 乙酸汞溶液：取乙酸汞（4.3.1.2）5g研细，加温热的冰乙酸（4.3.1.1）溶解并稀释至100mL。

4.3.1.6 结晶紫指示液：取结晶紫（4.3.1.4）0.5g，加冰乙酸（4.3.1.1）溶解并稀释至100mL。

4.3.1.7 高氯酸标准滴定溶液：$c(HClO_4)$=0.1mol/L。按照GB/T 601制备和标定。

4.3.2 分析步骤

称取干燥至恒重的试样 0.15g（准确至 0.001g），加冰乙酸（4.3.1.1）20 mL 与乙酸汞溶液（4.3.1.4）5mL，温热溶解后，放冷，加结晶紫指示液（4.3.1.6）1 滴，用 0.1mol/L 高氯酸标准滴定溶液（4.3.1.7）滴定，至溶液显蓝绿色，并将滴定结果用空白试验校正。

4.3.3 结果计算与表示

4.3.3.1 结果计算

维生素 $B_6$(盐酸吡哆醇)含量 $X_1$（以质量分数表示，数值以%计，按干基计）按式（1）计算：

$$X_1=\frac{(V-V_0)\times c\times 205.6}{m\times 1000}\times 100 \quad \text{……(1)}$$

式中：

$V$——试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$c$——高氯酸标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*205.6*——维生素 $B_6$ 的摩尔质量的数值[（$C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$）=205.6g/mol]，单位为克每摩尔（g/mol）；

$m$——试样质量，单位为克（g）。

4.3.3.2 结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.3.4 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

4.4　pH值

称取试样约 2.5g（准确至 0.01g），置于 100 mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，按照 GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则测定。

4.5　干燥失重

4.5.1　测定

称取试样约 1g（准确至 0.1mg），105℃干燥至恒重。

4.5.2　结果计算与表示

4.5.2.1　结果计算

干燥失重 $X_2$（以质量分数表示，数值以%计）按式（2）计算：

$$X_2=\frac{m_1+m_2-m_3}{m_2}\times 100 \quad \text{……(2)}$$

$m_1$——称量皿质量，单位为克（g）；

$m_2$——试样质量，单位为克（g）；

$m_3$——称量皿加试样恒重后质量，单位为克（g）。

4.5.2.2　结果表示

计算结果表示至小数点后一位。

4.5.3 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

4.6　灼烧残渣

4.6.1 试剂与溶液

硫酸。

4.6.2　分析步骤

称取试样约1g（精确至0.2mg），精密称定，置于已在700℃～800℃灼烧至恒重的瓷坩埚中，用小火缓缓加热，至完全灰化，放冷后，加硫酸（4.6.1.1）0.5mL～1mL，使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，移入马福炉中，在550℃±20℃下灼烧至恒重。

4.6.3　结果计算与表示

4.6.3.1　结果计算

灼烧残渣 $X_3$（以质量分数表示，数值以%计）按式（3）计算：

$$X_3=\frac{m_6-m_4}{m_5}\times 100 \quad \text{……(3)}$$

$m_4$——坩埚质量，单位为克（g）；

$m_5$——试样质量，单位为克（g）；

$m_6$——坩埚加残渣质量，单位为克（g）。

4.6.3.2　结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.6.4　重复性

平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

4.7 重金属

4.7.1 试剂与溶液

4.7.1.1 硫酸。

4.7.1.2 硝酸。

4.7.1.3 盐酸。

4.7.1.4 氨水。

4.7.1.5 氢氧化钠。

4.7.1.6 硫代乙酰胺。

4.7.1.7 甘油。

4.7.1.8 醋酸铵。

4.7.1.9 酚酞。

4.7.1.10 硝酸铅。

4.7.1.11 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠（4.7.1.5）4g，加水溶解使成 100mL，摇匀。

4.7.1.12 氨水溶液（10%）：取氨水（4.7.1.4），按 GB/T 603 制备。

4.7.1.13 盐酸溶液Ⅰ：取盐酸（4.7.1.3）63mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.7.1.14 盐酸溶液Ⅱ：取盐酸（4.7.1.3）18mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.7.1.15 硫代乙酰胺溶液：取硫代乙酰胺（4.7.1.6）4g，加水使溶解成 100 mL，置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0mL 及混合液［由氢氧化钠溶液（4.7.1.11）15mL、水 5.0mL 及甘油（4.7.1.7）20mL 组成］5.0mL，置水浴上加热 20s，混匀，冷却，立即使用。

4.7.1.16 醋酸盐缓冲液（pH3.5）：取醋酸铵（4.7.1.8）25g，加水25mL溶解，加盐酸溶液Ⅰ（4.9.1.13）38mL，用盐酸溶液Ⅱ（4.7.1.14）或氨水溶液（4.7.1.12）准确调节pH值至3.5（电位计指示），用水稀释至100mL，摇匀。

4.7.1.17 酚酞指示液：按照 GB/T 603 制备。

4.7.1.18 铅标准贮备液：取硝酸铅（4.7.1.10）0.160g，置 1000mL 量瓶中，加硝酸（4.7.1.2）5mL 与水 50mL 溶解，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。（每 1mL 相当于 100μg 的 Pb）

4.7.1.19 铅标准工作液：量取铅标准贮备液（4.7.1.18）10.00mL，置 100mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。（每 1mL 相当于 10μg 的 Pb）

4.7.2 测定与结果判定

4.7.2.1 试样溶液制备

称取试样 1g（精确至 0.01g），置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸（4.7.1.1）0.5mL～1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 550℃炽灼使完全灰化，放冷，加硝酸（4.7.1.2）0.5mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸（4.7.1.3）2.0mL，置水浴上蒸干后加水 15mL，滴加氨水溶液（4.7.1.12）至对酚酞指示液（4.7.1.17）显微红色，再加醋酸盐缓冲液（4.7.1.16）2.0mL，微热溶解后，移置纳氏比色管，加水稀释成 25mL，作为乙管。

4.7.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂，置瓷坩埚中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（4.7.1.16）2.0mL 与水 15 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加铅标准工作液（4.7.1.19）1.00mL，再用水稀释成 25mL，作为甲管。

4.7.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液（4.7.1.15）各 2.0mL，摇匀，放置 2min，同置白纸上，自上向下透视，观察比较甲管与乙管的颜色，如乙管所显颜色未深于甲管，则判定为符合规定。

4.8 总砷

4.8.1 试剂与溶液

4.8.1.1 盐酸。

4.8.1.2 醋酸。

4.8.1.3 硫酸。

4.8.1.4 氢氧化钠。

4.8.1.5 氧化镁。

4.8.1.6 硝酸镁。

4.8.1.7 碘化钾。
4.8.1.8 氯化亚锡。
4.8.1.9 酚酞。
4.8.1.10 醋酸铅。
4.8.1.11 脱脂棉。
4.8.1.12 无砷锌粒：以能通过 1 号筛的无砷锌为宜，如使用锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间延长至 1h。
4.8.1.13 三氧化二砷。
4.8.1.14 盐酸溶液：取盐酸（4.8.1.1）18mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。
4.8.1.15 稀硫酸：取硫酸 105mL，缓慢加入 200mL 水中，冷却后加水至 1000mL，摇匀。
4.8.1.16 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠（4.8.1.4）20g，加水溶解并稀释至 100mL，摇匀。
4.8.1.17 硝酸镁溶液：取硝酸镁（4.8.1.6）15g，加水溶解使成 100mL，摇匀。
4.8.1.18 碘化钾溶液：取碘化钾（4.8.1.7）16.5g，加水溶解使成 100mL。本液应临用新配。
4.8.1.19 酸性氯化亚锡溶液：取氯化亚锡（4.8.1.8）20g，加盐酸（4.8.1.1）使溶解成 50mL，滤过，摇匀。本液使用期限为 3 个月。
4.8.1.20 醋酸铅溶液：取醋酸铅（4.8.1.10）10g，加新沸过的冷水溶解，滴加醋酸（4.8.1.2）使溶液澄清，加新沸过的冷水至 100mL，摇匀。
4.8.1.21 酚酞指示液：按照 GB/T 603 制备。
4.8.1.22 砷标准贮备液：称取 105℃干燥至恒重的三氧化二砷（4.8.1.13）0.132g（准确至 0.1mg），置 1000mL 量瓶中，加氢氧化钠溶液（4.8.1.16）5mL 溶解，用适量稀硫酸（4.8.1.15）中和，再加稀硫酸（4.8.1.15）10mL，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。（每 1mL 相当于 100μg 的 As）
4.8.1.23 砷标准工作液：量取砷标准贮备液（4.8.1.22）1.00mL，置 100mL 量瓶中，加稀硫酸（4.8.1.15）10mL，用水稀释至刻度，摇匀。（每 1mL 相当于 1μg 的 As）
4.8.1.24 溴化汞试纸：按照 GB/T 603 制备，置棕色磨口瓶中保存。
4.8.1.25 醋酸铅棉花：取脱脂棉（4.8.1.11），浸入醋酸铅溶液（4.8.1.20）与水的等体积混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100℃以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.8.2 测定与结果判定

4.8.2.1 试样砷斑的制备

取试样 1.0g（精确至 0.01g）于瓷坩埚中，加硝酸镁溶液（4.8.1.17）10 mL 和氧化镁（4.8.1.5）1g，混匀，浸泡 4 小时，于低温或水浴上蒸干，用小火缓缓炽灼至完全碳化，放冷，在 550℃炽灼使完全灰化，加适量水湿润灰分，加酚酞指示液（4.8.1.21）1 滴，如显红色，滴加盐酸溶液（4.8.1.14）至红色褪去，再加盐酸（4.8.1.1）5mL 与水 21mL，移入锥形瓶中，加碘化钾溶液（4.8.1.18）5mL 与酸性氯化亚锡溶液（4.8.1.19）5 滴，在室温放置 10 分钟后，加无砷锌粒（4.8.1.12）2g，立即将顶端平面放有溴化汞试纸（4.8.1.24）和装有醋酸铅棉花（4.8.1.25）的导气管密塞于置锥形瓶上，并将锥形瓶置于 25℃～40℃水浴中，反应 45min，取出溴化汞试纸，即得。

4.8.2.2 标准砷斑的制备

另取制备试样砷斑的试剂，置瓷坩埚中与试样同法处理后，加盐酸（4.8.1.1）5mL 与水 21mL，置锥形瓶中，再量取砷标准工作液（4.8.1.23）2.00mL，照试样砷斑制备(4.8.2.1)项下自“加碘化钾溶液”起同法操作。

4.8.2.3 结果判定

取出溴化汞试纸，肉眼比较砷斑颜色，如试样砷斑颜色未深于标准砷斑颜色，判定为符合规定。

## 5 检验规则

### 5.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一批。

### 5.2 采样

按GB/T 14699.1的规定进行采样。

### 5.3 出厂检验

表1所列项目中，维生素$B_6$(盐酸吡哆醇)含量、pH值、干燥失重、炽灼残渣为出厂检验项目。

### 5.4 型式检验

型式检验项目为第3章的全部要求。产品正常生产时，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，亦进行型式检验：

a) 产品定型时；

b）生产工艺或原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；

c）停产三个月以上，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。

### 5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

## 6 标签、包装、运输和贮存

### 6.1 标签

按GB 10648执行。

### 6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

### 6.3 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。

### 6.4 贮存

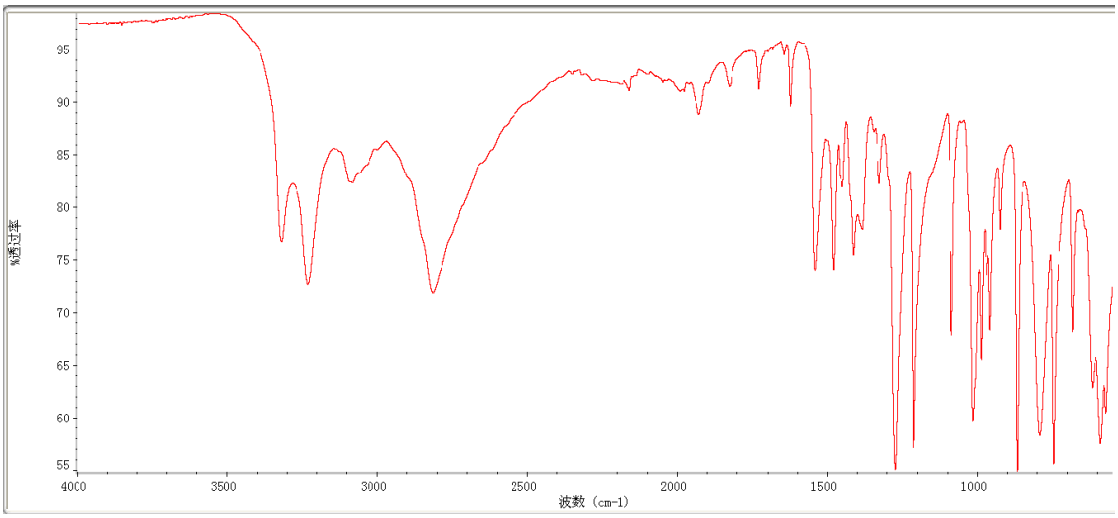
贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储。

## 7 保质期

在规定的运输、贮存条件下，保质期为24个月。

# 附　录　A
## （资料性附录）
## 维生素 $B_6$（盐酸吡哆醇）红外光谱图

维生素$B_6$（盐酸吡哆醇）红外光谱图见图A.1。




图A.1 维生素$B_6$（盐酸吡哆醇）红外光谱图