

中华人民共和国国家标准

GB 7296—201×
代替 GB/T 7296—2008

饲料添加剂 硝酸硫胺(维生素 B₁)

Feed additive—Thiamine mononitrate(Vitamin B₁)

20××-××-××发布

20××-××-××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 4 章和第 6 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 7296—2008《饲料添加剂 维生素 B₁(硝酸硫胺)》。与 GB/T 7296—2008 相比主要技术变化如下:

- 技术指标“铅”改为“重金属(以 Pb 计), ≤10.0 mg/kg”(见 4.2,2008 年版 3.2);
- 增加技术指标“总砷, ≤2.0 mg/kg”(见 4.2);
- 技术指标由“炽灼残渣, ≤0.2% ”改为“炽灼残渣, ≤0.1%”(见 4.2);
- 硝酸硫胺含量测定硅钨酸沉淀法为仲裁法,增加电位滴定法(见 5.3)。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准主要起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)、中国饲料工业协会。

本标准主要起草人:刘小敏、王黎文、刘玉亭、张雅惠、王峻、谢胜伦、王思思、黄婷、陈大为。

本标准所代替标准历次版本发布情况为:

- GB 7296—1987、GB/T 7296—2008。

饲料添加剂 硝酸硫胺(维生素 B₁)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 硝酸硫胺(维生素 B₁)的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于氨基丙腈为原料经化学合成制得的饲料添加剂硝酸硫胺(维生素 B₁)。

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 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9725 化学试剂 电位滴定法通则

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 14699.1 饲料 采样

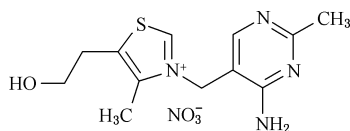
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:4-甲基-3-[(2-甲基-4-氨基-5-嘧啶基)-甲基]-5-(2-羟基乙基)噻唑鎓硝酸盐

分子式:C₁₂H₁₇N₅O₄S

相对分子质量:327.37(按 2016 年国际相对原子质量)

结构式:



4 要求

4.1 外观和性状

本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末,微有特臭。略溶于水。在乙醇或三氯甲烷中微溶。

4.2 技术指标

硝酸硫胺(维生素 B₁)技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
硝酸硫胺(以 $C_{12}H_{17}N_5O_4S$ 干基计)/%	98.0~101.0
干燥失重/%	≤ 1.0
炽灼残渣/%	≤ 0.1
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2.0
酸度	6.0~7.5
氯化物(以 Cl 计)/%	≤ 0.06

5 试验方法

除特殊说明外,所有使用的试剂均为分析纯和符合 GB/T 6682 中规定的三级水,试剂和溶液的制备应符合 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

5.1 外观检验

取 10 g~20 g 样品,置于 25 cm×30 cm 的洁净白瓷盘内,在正常光照、通风良好、无异味的环境下,通过感官进行评定。

5.2 鉴别

5.2.1 试剂或材料

5.2.1.1 硫酸。

5.2.1.2 硫酸亚铁溶液:取硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)8 g,加新沸过的冷水 100 mL 使溶解,摇匀,现用现配。

5.2.1.3 铁氰化钾溶液:100 g/L。现用现配。

5.2.1.4 冰乙酸。

5.2.1.5 乙酸铅溶液:100 g/L。称取乙酸铅 10 g,加新沸过的冷水溶解后,滴加冰乙酸使溶液澄清,再加新沸过的冷水定容至 100 mL,摇匀。

5.2.1.6 异丁醇。

5.2.1.7 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.2.2 仪器设备

5.2.2.1 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.2.2.2 红外光谱仪:扫描范围为 $4\ 000\ cm^{-1}$ ~ $400\ cm^{-1}$,最高分辨率 $\geq 4.0\ cm^{-1}$ 。

5.2.3 鉴别步骤

5.2.3.1 称取约 0.05 g 试样加氢氧化钠溶液(5.2.1.7)2.5 mL 溶解后,加铁氰化钾溶液(5.2.1.3)0.5 mL,异丁醇(5.2.1.6)5 mL,强力振摇 2 min,静置分层,上层显强烈的蓝色荧光,加酸成酸性,荧光

消失,再加碱使成碱性,荧光又显出。

5.2.3.2 取 2% 试样溶液 2 mL,加硫酸(5.2.1.1)2 mL,放冷,缓慢加入硫酸亚铁溶液(5.2.1.2)2 mL,两层溶液接触处产生棕色环。

5.2.3.3 溶解试样 0.005 g 于乙酸铅溶液(5.2.1.5)1 mL 和氢氧化钠溶液(5.2.1.7)1 mL 的混合溶液中,产生黄色;再在水浴上加热几分钟,溶液变成棕色,放置有硫化铅析出。

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

5.3 硝酸硫酸含量的测定

5.3.1 硅钨酸沉淀法(仲裁法)

5.3.1.1 试剂或材料

5.3.1.1.1 盐酸。

5.3.1.1.2 硅钨酸溶液:100 g/L。

5.3.1.1.3 盐酸溶液:取盐酸(5.3.1.1.1)5 mL 加水稀释至 100 mL。

5.3.1.1.4 丙酮。

5.3.1.2 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3.1.3 试验步骤

称取在 105 °C 干燥至恒重的试样 0.1 g,精确到 0.000 2 g。加水 50 mL 溶解后,加盐酸(5.3.1.1.1)2 mL 煮沸,立即滴加硅钨酸溶液(5.3.1.1.2)10 mL,继续煮沸 2 min,用 80 °C 干燥至恒重的 4# 垂熔坩埚过滤,沉淀先用煮沸的盐酸溶液(5.3.1.1.3)20 mL 分次洗涤,再用水 10 mL 洗涤 1 次,最后用丙酮(5.3.1.1.4)洗涤 2 次,每次 5 mL,沉淀物在 80 °C 干燥至恒重。

5.3.1.4 试验数据处理

硝酸硫酸含量 w_1 以质量分数表示,数值以 % 计。按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.188 2}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——干燥恒重后沉淀质量,单位为克(g);

0.188 2 ——硝酸硫酸硅钨酸盐换算成硝酸硫酸系数;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.3.1.5 精密度

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 0.5%。

5.3.2 电位滴定法

5.3.2.1 试剂或材料

5.3.2.1.1 无水甲酸。

5.3.2.1.2 冰乙酸。

5.3.2.1.3 乙酸酐。

5.3.2.1.4 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2 仪器设备

5.3.2.2.1 分析天平：感量为 0.1 mg。

5.3.2.2.2 自动电位滴定仪或酸度计；以玻璃电极为指示电极、饱和甘汞电极为参比电极或采用复合电极，并配有磁力搅拌器和滴定装置。

5.3.2.3 试验步骤

称取在 105 °C 干燥至恒重的试样 0.14 g，精确到 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中，加入无水甲酸 5 mL 溶解，加 70 mL 乙酸酐，按照 GB/T 9725，用高氯酸标准滴定溶液滴定，并将滴定结果用空白试验校正。

5.3.2.4 试验数据处理

硝酸硫胺含量 w_2 以质量分数表示，数值以 % 计。按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m_3 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

V_1 ——试样消耗高氯酸标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验消耗高氯酸标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

c ——高氯酸标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——硝酸硫胺的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}\right) = 163.7 \text{ g/mol} \right]$ ；

m_3 ——试样的质量，单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留三位有效数字。

5.3.2.5 精密度

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 0.5%。

5.4 重金属的测定

5.4.1 试剂或材料

5.4.1.1 硝酸。

5.4.1.2 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.3 硫化钠溶液：100 g/L。

5.4.1.4 铅标准贮备溶液：准确称取硝酸铅 0.160 0 g，精确到 0.000 01 g。置于 1 000 mL 容量瓶中，加 5 mL 硝酸和 50 mL 水溶解后，用水稀释至刻度，摇匀为贮备液。

5.4.1.5 铅标准工作溶液：临用前，移取 10 mL ± 0.02 mL 铅标准贮备液(5.4.1.4)，置于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得(每 1 mL 相当于 10 μg 的 Pb)。

5.4.2 仪器设备

分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 mg。

5.4.3 试验步骤

准确称取试样 1.0 g，精确到 0.000 2 g。置于纳氏比色管中，加氢氧化钠试液 5 mL 加水 20 mL 微

热溶解后,作为乙管。移取 1.0 mL 铅标准溶液,置于纳氏比色管中,加氢氧化钠试液 5 mL 加水 20 mL,作为甲管。

5.4.4 试验数据处理

在甲、乙两管中分别加入加硫化钠溶液(5.4.1.3)5 滴,摇匀,放置 2 min,同置于白纸上,自上向下透视,肉眼观察比较甲管与乙管的颜色,如乙管所显的颜色未深于甲管,则判断为重金属(以 Pb 计) ≤ 10.0 mg/kg。

5.5 酸度

5.5.1 仪器设备

5.5.1.1 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.5.1.2 酸度计:测量范围 pH0~14,精度为 0.02pH 单位。

5.5.2 试验步骤

称取试样 0.5 g,精确到 0.000 2 g。置于 50 mL 烧杯中,加水 25 mL 溶解后用酸度计测其 pH。

5.6 氯化物的测定

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 硝酸。

5.6.1.2 硝酸银溶液:0.1 mol/L。

5.6.1.3 氯化钠标准溶液: $\rho(\text{Cl}^-)=0.1$ g/L。

5.6.2 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.6.3 试验步骤

称取试样 0.2 g,精确到 0.01 g。置于 100 mL 纳氏比色管中,加水 30 mL 溶解,再分别加硝酸(5.6.1.1)1 mL 及硝酸银溶液(5.6.1.2)1 mL,加水至 50 mL,摇匀,在暗处放置 5 min,如发现浑浊,与氯化钠标准溶液(5.6.1.3)1.20 mL 用同法制成的对照液比较,不得更浑浊。

5.7 干燥失重的测定

5.7.1 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.7.2 试验步骤

称取试样 1 g,精确到 0.000 2 g。置于烘干至恒重的称样皿中,放入 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的电热干燥箱中,打开称样皿盖,干燥 3 h。取出后盖好,放入干燥器中,冷却至室温,称量。再重复干燥 1 h,称量至恒重。

5.7.3 试验数据处理

硝酸硫胺干燥失重的 w_3 以质量分数表示,数值以 % 计,按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_4 ——干燥前试样和称样皿质量,单位为克(g);

m_5 ——干燥后试样和称样皿质量,单位为克(g);

m_6 ——试样质量,单位为克(g)。

5.8 灼灼残渣的测定

5.8.1 试剂或材料

硫酸。

5.8.2 仪器设备

5.8.2.1 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.8.2.2 马福炉。

5.8.3 试验步骤

称取样品 2 g,精确到 0.000 2 g。置于已在 700 °C ± 50 °C 灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓加热至完全炭化,放冷后,加硫酸 0.5 mL ~ 1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入马福炉中,在 700 °C ± 50 °C 下灼烧至恒重。

5.8.4 试验数据处理

灼灼残渣 ω_4 以质量分数表示,数值以 % 计,按式(4)计算:

$$\omega_4 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_4 ——坩埚和残渣质量,单位为克(g);

m_5 ——坩埚质量,单位为克(g);

m_6 ——样品质量,单位为克(g)。

5.9 总砷的测定

按 GB/T 13079 饲料中总砷的测定的规定执行。

6 检验规则

6.1 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产品为一批,但每批产品不超过 500 kg。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为第 4 章规定的全部技术指标。

6.4 判定规则

6.4.1 所检项目检测结果均与本标准规定指标一致判定为合格产品。

6.4.2 有任何指标不符合本标准规定的要求时,可以从双倍量的包装中抽取样品进行复检,复检结果即使有一项指标不符合标准要求,则判该批产品不合格。

7 标签、包装、运输、贮存、保质期

7.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

7.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

7.3 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。

7.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混贮。

7.5 保质期

在未开启原包装产品规定的运输和贮存条件下,保质期为 24 个月。

附录 A
(资料性附录)

硝酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图

硝酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图见图 A.1。

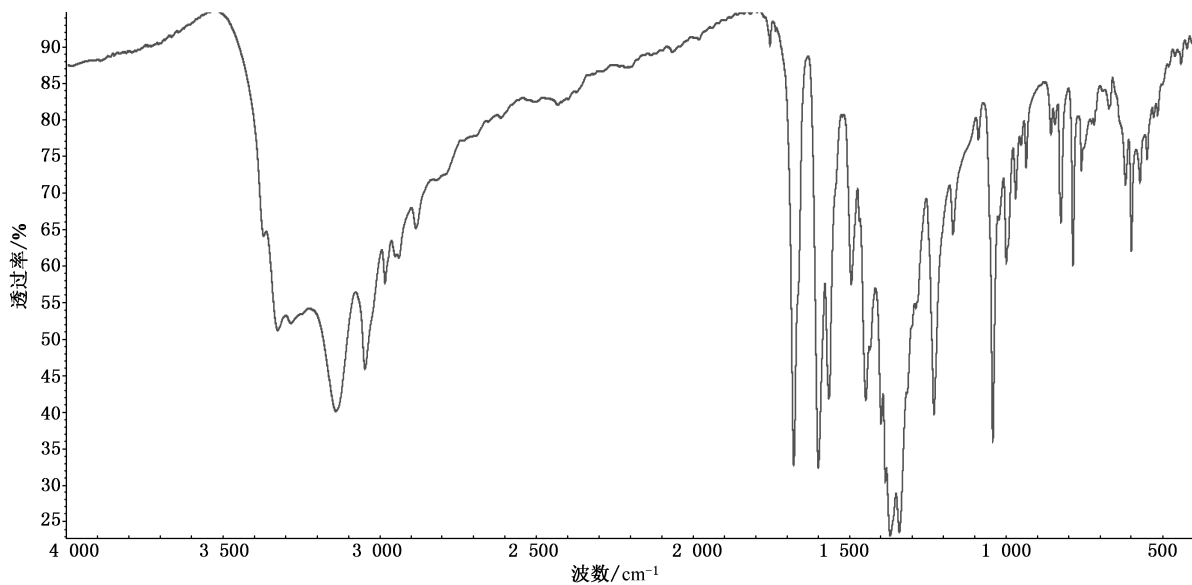


图 A.1 硝酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图