

中华人民共和国国家标准

GB 7295—201×
代替 GB/T 7295—2008

饲料添加剂 盐酸硫胺(维生素 B₁)

Feed additive—Thiamine hydrochloride(Vitamin B₁)

××××-××-××发布

××××-××-××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 7295—2008《饲料添加剂 维生素 B₁(盐酸硫胺)》。

本标准与 GB/T 7295—2008《饲料添加剂 盐酸硫胺(维生素 B₁)》主要技术变化如下:

- 增加技术指标“重金属(以 Pb 计), ≤ 10 mg/kg”(见 4.2);
- 增加技术指标“总砷, ≤ 2.0 mg/kg”(见 4.2);
- 盐酸硫胺含量测定硅钨酸沉淀法为仲裁法,增加高氯酸非水滴定法(见 5.3)。

本标准由农业部提出并归口。

本标准主要起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:刘小敏、刘玉亭、王峻、谢胜伦、王思思、黄婷、陈大为、黄昌郡。

本标准所代替标准历次版本发布情况为:

- GB 7295—1987;
- GB/T 7295—2008。

饲料添加剂 盐酸硫胺(维生素 B₁)

1 范围

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

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 盐酸硫胺(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实验方法

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

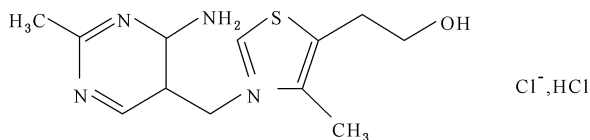
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

分子式: C₁₂H₁₇ClN₄OS · HCl

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

相对分子质量: 337.27(以 C₁₂H₁₇ClN₄OS · HCl 计,按 2016 年国际相对原子质量表计算)

结构式:



4 要求

4.1 外观和性状

本品为白色结晶或结晶性粉末,微有特臭,味苦。易溶于水,微溶于乙醇,不溶于乙醚。

4.2 技术指标

盐酸硫胺(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
盐酸硫胺(以 $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ 干基计)/%	98.5~101.0
干燥失重/%	≤ 5.0
炽灼残渣/%	≤ 0.1
酸度	2.7~3.4
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)/%	≤ 0.03
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0
总砷(As)/(mg/kg)	≤ 2.0
溶液色泽	不得比 0.012 g/L 重铬酸钾溶液更深

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 25×30 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 鉴别试验

5.2.1 试剂或材料

5.2.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。

5.2.1.2 铁氰化钾溶液:100 g/L。现配现用。

5.2.1.3 正丁醇。

5.2.1.4 二氧化锰。

5.2.1.5 硫酸。

5.2.1.6 碘化钾。

5.2.1.7 淀粉指示剂:称取可溶性淀粉 0.5 g,加水 5 mL 搅匀后缓慢倒入 100 mL 沸水中,同时搅拌。继续煮沸 2 min,放冷,取上清液,即得。现配现用。

5.2.1.8 碘化钾淀粉试纸:取滤纸条浸入含有碘化钾 0.5 g 的新制的淀粉指示液 100 mL 中,润湿后,取出阴干。

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 $4\ 000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} ,最高分辨率 $\geq 4.0\text{ cm}^{-1}$ 。

5.2.3 鉴别步骤

5.2.3.1 称取 0.005 g 试样加氢氧化钠溶液(5.2.1.1)溶解后,加铁氰化钾溶液(5.2.1.2)0.5 mL,正丁醇

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 氯化物的鉴别反应: 称取 0.5 g 试样置于干燥试管中, 加二氧化锰 0.5 g, 混匀, 加硫酸湿润, 缓慢加热, 即产生氯气, 能使湿润的碘化钾淀粉试纸显蓝色。

5.2.3.3 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 盐酸硫酸含量的测定

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

5.3.1.2.1 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)4 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

盐酸硫酸含量 w_1 以质量分数表示, 数值以 % 计。按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.1939}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——干燥恒重后沉淀质量, 单位克(g);

0.1939 ——盐酸硫酸硅钨酸盐换算成盐酸硫酸系数;

m_2 ——试样的质量, 单位克(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 非水溶液滴定法

5.3.2.1 原理

盐酸硫酸(维生素 B₁)分子中含有碱性的伯胺和季铵基团, 在非水溶液中(在乙酸汞存在下)与高氯酸反应, 根据消耗高氯酸标准溶液体积计算盐酸硫酸的含量。

5.3.2.2 试剂或材料

5.3.2.2.1 冰乙酸。

5.3.2.2.2 乙酸汞溶液:50 g/L 冰乙酸溶液。

5.3.2.2.3 喹哪啶红-亚甲蓝混合指示液:0.3 g 喹哪啶红,0.1 g 亚甲蓝,加甲醇至 100 mL。

5.3.2.2.4 高氯酸标准溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.3 仪器和设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3.2.4 试验步骤

称取在 105 °C 干燥至恒重的试样 0.15 g,精确到 0.000 2 g。置于锥形瓶中,加入冰乙酸 20 mL 微热溶解,放置至室温,加 5 mL 乙酸汞溶液,2 滴喹哪啶红-亚甲蓝混合指示液,以高氯酸标准滴定溶液滴定至天蓝色,强烈振摇,30 s 不褪色为终点。并将滴定的结果用空白试验校正。

5.3.2.5 试验数据处理

盐酸硫胺含量 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,单位毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗高氯酸标准溶液体积,单位毫升(mL);

c ——高氯酸标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——盐酸硫胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2} \text{C}_{12} \text{H}_{17} \text{ClN}_4 \text{OS} \cdot \text{HCl}) = 168.6 \text{ g/mol}$];

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。

5.3.2.6 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 溶液色泽的检查

5.4.1 试剂或材料

5.4.1.1 重铬酸钾:基准级。

5.4.1.2 重铬酸钾溶液(0.012 g/L):在感量为 0.000 1 g 的分析天平上准确称取 0.400 0 g 重铬酸钾,溶解并定容至 500 mL。在棕色瓶中保存。

5.4.2 试验步骤

称取试样 1.0 g,置于 50 mL 纳氏比色管中,加水 10 mL 溶解后与同体积的对照液(取比色用重铬酸钾溶液 0.6 mL,加水适量使成 40 mL)比较,颜色不得更深。

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 0.50 g,精确到 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中,加水 50 mL 溶解后用酸度计测其 pH 值。

5.6 硫酸盐的测定

5.6.1 试剂或材料

5.6.1.1 盐酸溶液:1+10。

5.6.1.2 氯化钡溶液:250 g/L。

5.6.1.3 硫酸钾标准溶液: $\rho(\text{SO}_4^{2-})=0.1 \text{ g/L}$ 。

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 1.0 g,精确到 0.000 2 g。加水溶解成 20 mL,溶液浑浊,过滤。置于 50 mL 纳氏比色管中,加水适量稀释成 25 mL,再加盐酸溶液(5.6.1.1)1 mL。加氯化钡溶液(5.6.1.2)3 mL,摇匀,放置 10 min,如发现浑浊,与硫酸钾标准溶液(5.6.1.3)3 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

5.7.1.1 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 $105 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 ω_3 以质量分数(%)表示,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 炽灼残渣的测定

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 750 °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

炽灼残渣 w_4 以质量分数表示,数值以(%)计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_7 - m_8}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_7 ——坩埚和残渣质量,单位为克(g);

m_8 ——坩埚质量,单位为克(g);

m_9 ——样品质量,单位为克(g)。

5.9 重金属的测定

5.9.1 试剂或材料

5.9.1.1 硝酸。

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

5.9.1.3 硫化钠溶液:(100 g/L)。

5.9.1.4 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。

5.9.1.5 铅标准工作溶液:临用前,移取 10 mL ± 0.02 mL 贮备液(5.9.1.4),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 ug 的 Pb)。

5.9.2 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg 和 0.01 mg。

5.9.3 试验步骤

准确称取 1.0 g 试样,精确到 0.000 1 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。

5.9.4 试验数据处理

在甲、乙两管中分别加入加硫化钠试液(5.9.1.3)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。

5.10 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 12 个月。

附录 A
(资料性附录)

盐酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图

盐酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图见图 A.1。

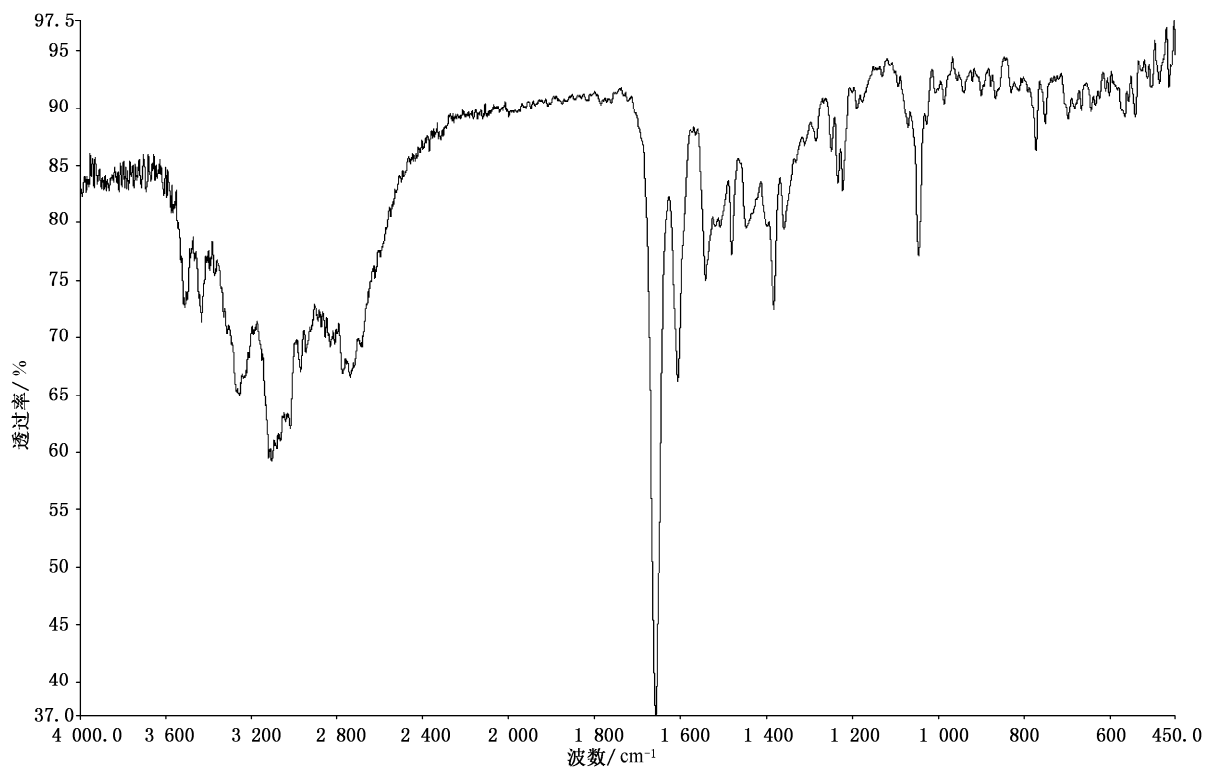


图 A.1 盐酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图