

中华人民共和国国家标准

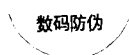
GB/T 7294—2009
代替 GB/T 7294—2006

饲料添加剂 亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K₃)

Feed additive—
Menadione sodium bisulfite(Vitamin K₃)

2009-03-26 发布

2009-07-01 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

本标准代替 GB/T 7294—2006《饲料添加剂 维生素 K₃(亚硫酸氢钠甲萘醌)》。

本标准与 GB/T 7294—2006 相比主要变化如下：

- 对标准名称进行了调整；
- 对化学名称进行了修正；
- 对分子式、分子量进行了修改；
- 规范性引用文件增加“GB/T 13088 饲料中铬的测定”；
- 对原标准“外观和性状”中乙醇中的溶解性进行修改；
- 技术指标中取消规格“甲萘醌(C₁₁H₈O₂)含量≥51.0%”，并增加“铬”项，对“游离亚硫酸氢钠(NaHSO₃)含量”指标由10.0%调整为5.0%；
- 对原标准中的计算公式进行了修改，增加计算结果中有效数字位数的约定，对亚硫酸氢钠含量检验的允许差由绝对值之差小于等于2%调整为绝对值之差不得过0.2%；
- 增加“含量测定”中的避光操作；
- 增加原标准中“重金属”、“砷盐”测定的试样前处理方法，重金属检查改为第二法；
- 对“包装、运输、贮存”条款的描述进行了修改。

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：浙江省饲料监察所、兄弟科技股份有限公司、云南省陆良和平科技有限公司、浙江大学饲料科学研究所。

本标准主要起草人：任玉琴、施杏芬、朱聪英、金海丽、周中平、李文藩、吕伟军、占秀安、陈勇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 7294—1987、GB/T 7294—2006。

饲料添加剂 亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K₃)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 亚硫酸氢钠甲萘醌产品的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、贮存、运输及保质期。

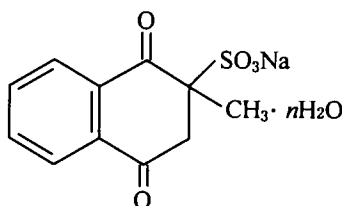
本标准适用于以化学合成法制得的含 1 个~3 个结晶水的亚硫酸氢钠甲萘醌混合物。该产品在饲料工业中作维生素类饲料添加剂。

化学名称:2-甲基-1,4-二氧-1,2,3,4-四氢-萘-2-磺酸钠水合物

分子式: $C_{11}H_9NaO_5S \cdot nH_2O$

相对分子质量:294.33($n=1$),312.34($n=2$),330.36($n=3$)(按 2005 年国际相对原子质量)

结构式:



2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB 10648 饲料标签

GB/T 13088 饲料中铬的测定

《中华人民共和国药典》2005 年版二部

3 要求

3.1 外观和性状

本品为白色结晶性粉末,无臭或微有特臭,有引湿性,遇光易分解。本品在水中易溶,在乙醇、乙醚或苯中几乎不溶。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
亚硫酸氢钠甲萘醌含量(以甲萘醌计)/%	≥ 50.0
游离亚硫酸氢钠(NaHSO ₃)含量/%	≤ 5.0

表 1 (续)

项 目	指 标
水分/%	≤ 13.0
溶液色泽	黄绿色标准比色液 4 号
磺酸甲萘醌	无沉淀
铬/(mg/kg)	≤ 50
重金属(以 Pb 计)/%	≤ 0.002
砷盐(As)/%	≤ 0.000 5

4 试验方法

本标准中所用试剂和水,在未注明其要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级用水。色谱分析中所用试剂均为色谱纯和优级纯,试验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。原子吸收光谱法分析中所用试剂均为优级纯,水符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 试剂和溶液

- 4.1.1 三氯甲烷(氯仿)。
- 4.1.2 95%乙醇。
- 4.1.3 亚硫酸氢钠。
- 4.1.4 氰乙酸乙酯。
- 4.1.5 无水乙醇。
- 4.1.6 甲醇(色谱级)。
- 4.1.7 盐酸。
- 4.1.8 氢氧化钠。
- 4.1.9 氨水。
- 4.1.10 无水碳酸钠。
- 4.1.11 可溶性淀粉。
- 4.1.12 硫酸亚铁。
- 4.1.13 硫酸。
- 4.1.14 邻菲罗啉。
- 4.1.15 甲萘醌标准品。
- 4.1.16 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=3 \text{ mol/L}$,取盐酸(4.1.7)27 mL,加水适量使成 100 mL,摇匀。
- 4.1.17 三氯甲烷的无水乙醇溶液:取三氯甲烷(4.1.1)2 mL,加无水乙醇(4.1.5)使成 100 mL,摇匀。
- 4.1.18 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠(4.1.8)10 g,加水溶解并稀释至 30 mL。
- 4.1.19 氨水的乙醇溶液:取氨水(4.1.9)与乙醇(4.1.2)等体积混合。
- 4.1.20 碳酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=1 \text{ mol/L}$,称取无水碳酸钠(4.1.10)10.6 g,加水使溶解成 100 mL,摇匀。
- 4.1.21 碘标准滴定溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 制备。
- 4.1.22 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 制备和标定。
- 4.1.23 淀粉指示液:称取可溶性淀粉(4.1.11)0.5 g,加入 5 mL 水搅匀后,缓缓倾入 100 mL 沸水,随加随搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上层清液。本液临用新配。
- 4.1.24 邻菲罗啉指示液:称取硫酸亚铁(4.1.12)0.5 g,加水 100 mL 使溶解,加硫酸(4.1.13)2 滴与邻菲罗啉(4.1.14)0.5 g,摇匀。本液应临用新制。

4.2 仪器和设备

- 4.2.1 实验室常用仪器设备。
4.2.2 紫外分光光度仪,附1 cm石英比色皿。
4.2.3 高效液相色谱仪(带紫外检测器)。

4.3 鉴别试验

4.3.1 称取试样约0.1 g,置分液漏斗中,加水10 mL溶解,加碳酸钠溶液(4.1.20)3 mL,即发生鲜黄色沉淀,用三氯甲烷(4.1.1)5 mL萃取沉淀,分取三氯甲烷层,通过用三氯甲烷洗涤过的滤器过滤,滤液在水浴中蒸干,放冷,残余物加少量乙醇(4.1.2)溶解,并重新水浴蒸干,残渣依照《中华人民共和国药典》2005年版二部 附录VI C 熔点测定法第一法测定,熔点应为104℃~107℃。

4.3.2 按4.3.1项下方法制得沉淀约50 mg,加水5 mL,加亚硫酸氢钠(4.1.3)75 mg,水浴上加热并剧烈振摇,直到全部溶解呈几乎无色的溶液,用水稀释至50 mL,摇匀,取2 mL,加氨水的乙醇溶液(4.1.19)2 mL,振摇,加氰乙酸乙酯(4.1.4)3滴,溶液显深紫蓝色,加氢氧化钠溶液(4.1.18)1 mL,溶液转变成绿色,随即变成黄色。

4.3.3 称取试样80 mg,加水2 mL溶解后,加盐酸溶液(4.1.16)数滴,温热,即产生有刺激性的二氧化硫气味。

4.4 甲萘醌含量测定

警告:应避免光操作!

4.4.1 原理

试样在碱性溶液中析出甲萘醌沉淀,用三氯甲烷萃取沉淀后用高效液相色谱仪或紫外分光光度仪进行检测。

4.4.2 高效液相色谱法(仲裁法)

4.4.2.1 标准溶液制备

称取甲萘醌标准品约0.05 g(精确至0.000 01 g),置250 mL容量瓶中,用三氯甲烷(4.1.1)溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取2 mL,置100 mL容量瓶中,用甲醇(4.1.6)稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.2 试样溶液制备

称取试样适量(相当于甲萘醌0.5 g,精确至0.000 1 g),置250 mL容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取25 mL,置250 mL分液漏斗中,加三氯甲烷40 mL和碳酸钠溶液(4.1.20)5 mL,剧烈振摇30 s,静止,取三氯甲烷层,通过预先用三氯甲烷湿润的医用脱脂棉过滤,滤液置250 mL容量瓶中,立即用三氯甲烷40 mL洗涤滤器,洗液并入容量瓶中,水层用三氯甲烷萃取两次,每次20 mL,萃取液滤过,并用三氯甲烷20 mL洗涤滤器,洗液和全部滤液并入容量瓶中,用三氯甲烷稀释到刻度,摇匀。精密量取2 mL,置100 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.3 测定

4.4.2.3.1 色谱条件

色谱柱:ODS C₁₈柱,250 mm×4.6 mm(内径),粒径5 μm,或性能相当者;

流动相:甲醇(4.1.6)+水=65+35;

流速:1.0 mL/min;

检测波长:250 nm;

进样量:20 μL。

4.4.2.3.2 上机测定

取标准溶液和试样溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

4.4.2.4 计算和结果的表示

甲萘醌含量 X_1 ,以质量分数表示,数值以%计,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times P \times 10}{A_1 \times m_2} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A₂——试样溶液中甲萘醌的峰面积;

m₁——标准品质量,单位为克(g);

P——标准品纯度,%;

10——稀释倍数;

A₁——标准溶液中甲萘醌的峰面积;

m₂——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.4.2.5 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值之差不得过1.0%。

4.4.3 紫外分光光度法

4.4.3.1 标准溶液的制备

称取甲萘醌标准品约0.05 g(精确至0.000 01 g),置250 mL容量瓶中,用三氯甲烷(4.1.1)溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取2 mL,置100 mL容量瓶中,用无水乙醇(4.1.5)稀释至刻度,摇匀。

4.4.3.2 试样溶液制备

称取试样适量(相当于甲萘醌0.5 g,精确至0.000 1 g),置250 mL容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取25 mL,置250 mL分液漏斗中,加三氯甲烷40 mL和碳酸钠溶液(4.1.20)5 mL,剧烈振摇30 s,静止,取三氯甲烷层,通过预先用三氯甲烷湿润的医用脱脂棉过滤,滤液置250 mL容量瓶中,立即用三氯甲烷40 mL洗涤滤器,洗液并入容量瓶中,水层用三氯甲烷萃取两次,每次20 mL,萃取液滤过,并用三氯甲烷20 mL洗涤滤器,洗液和全部滤液并入容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。精密量取2 mL,置100 mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.3.3 测定

标准溶液和试样溶液用紫外分光光度仪分别在(250±1)nm波长处测定吸收度。用三氯甲烷的无水乙醇溶液(4.1.17)作空白。

4.4.3.4 计算和结果的表示

甲萘醌含量 X₂,以质量分数表示,数值以%计,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times P \times 10}{A_3 \times m_4} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A₄——试样溶液的吸收度;

m₃——标准品质量,单位为克(g);

P——标准品纯度,%;

10——稀释倍数;

A₃——标准溶液的吸收度;

m₄——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.4.3.5 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值之差不得过1.0%。

4.5 游离亚硫酸氢钠含量测定

4.5.1 测定方法

称取试样约1.5 g(精确至0.000 1 g),置于100 mL容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀,精密

量取 20 mL,置碘量瓶中,精密加碘标准滴定溶液(4.1.21)25 mL,密塞混合,放置 5 min,缓缓加盐酸(4.1.7)1 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.1.22)滴定剩余的碘,至近终点时,加淀粉指示液(4.1.23)3 mL,继续滴定至蓝色消失,并同时做空白试验。

4.5.2 计算和结果的表示

游离亚硫酸氢钠含量 X_3 ,以质量分数表示,数值以%计,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.05203 \times 5}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_0 ——空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V ——试样溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.05203——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2) = 1 \text{ mol/L}$] 相当的、以克表示的亚硫酸氢钠的质量;

5——稀释倍数;

m_5 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.5.3 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值之差不得过 0.2%。

4.6 溶液色泽的检查

称取试样 1 g(精确至 0.1 g),加水 25 mL 溶解,溶液如显色,与黄绿色 4 号标准比色液(《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 IX A 第一法)比较,不得更深。

4.7 磺酸甲萘醌的检查

称取试样 0.2 g,加水 10 mL 溶解,加邻菲罗啉指示液(4.1.24)2 滴,不得发生沉淀。

4.8 水分

称取试样(精确至 0.000 1 g),依照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 VIII M 水分测定法第一法测定。

4.9 铬

按 GB/T 13088 测定。

4.10 重金属

称取试样 1 g(精确至 0.01 g),依照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 VIII H 重金属检查法第二法检查。

4.11 砷盐

称取试样 1 g(精确至 0.01 g),加水 23 mL 溶解后,加盐酸(4.1.7)5 mL,依照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 VIII J 砷盐检查法第一法检查。

5 检验规则

5.1 本品应由生产企业的质量检验部门进行检验,本标准规定所有项目为出厂检验项目,生产企业应保证出厂产品均符合本标准的要求。

5.2 在规定期限内具有同一性质和质量,并在同一连续生产周期中生产出来的一定数量的产品为一批。

5.3 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行质量检验,检验其是否符合本标准的要求。

5.4 取样方法:抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶(袋),瓶(袋)上贴有标签,注明生产企业名称、产品名称、批号及取样日期。

抽样时,用清洁适用的取样工具伸入包装容器的四分之三深处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分,每批样品分2份,每份样品量应不少于检验所需试样的3倍量,装入样品瓶(袋)中,一瓶(袋)供检验用,另一瓶(袋)密封保存备查。

5.5 出厂检验若有一项指标不符合本标准要求时,允许加倍抽样进行复验,复验结果仍有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品判为不合格品。

5.6 如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方商请仲裁单位按本标准的检验方法和规则进行仲裁。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

6.2 包装

本品装于适宜的容器中,采用密封、避光包装,包装材料的卫生标准应符合要求。

6.3 运输

本品在运输过程中应避光、防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本品应贮存在阴凉、干燥、无污染的地方。

7 保质期

本产品在规定贮存条件下,原包装保质期为12个月(开封后尽快使用,以免变质)。

中华人民共和国
国家标准
饲料添加剂
亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K₃)
GB/T 7294—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

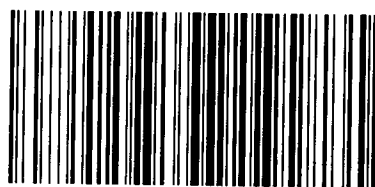
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37571 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 7294-2009

打印日期: 2009年7月3日