



中华人民共和国国家标准

GB 7300.203—2020
代替 GB/T 21515—2008

饲料添加剂 第2部分： 维生素及类维生素 甜菜碱

Feed additive—Part 2: Vitamins, provitamins and chemically well-defined
substances having similar effect—Betaine

2020-05-29 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本部分的第 1 章、第 4 章和第 6 章为强制性的,其余为推荐性的。

GB 7300《饲料添加剂》按产品分为若干部分。

本部分为 GB 7300 的第 203 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 21515—2008《饲料添加剂 天然甜菜碱》。

本部分与 GB/T 21515—2008 相比主要技术差异如下:

- 适用范围增加了合成甜菜碱(见第 1 章);
- 增加了合成甜菜碱技术指标(见 4.2);
- 天然甜菜碱增加了游离胺技术指标(见 4.2);
- 删除了抗结块剂技术指标(见 4.2,2008 年版的 3.2);
- 甜菜碱含量测定标准品改为甜菜碱(见 5.3.1,2008 年版的 4.3.1);
- 增加了总游离胺/氨检测方法(见 5.8)
- 合成甜菜碱增加了氯化钠检测方法(见 5.9.1);
- 补充了甜菜碱标准溶液色谱图(见附录 A)。

本部分由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本部分起草单位:山东省饲料质量检验所、中国饲料工业协会、宜兴市天石饲料有限公司。

本部分主要起草人:张芸、宫玲玲、李竞前、孙延军、李俊玲、邹益东。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 21515—2008。

饲料添加剂 第 2 部分： 维生素及类维生素 甜菜碱

1 范围

GB 7300 的本部分规定了饲料添加剂甜菜碱的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本部分适用于由甜菜糖蜜分离、加工而成的天然甜菜碱产品,以及由氯乙酸钠盐和三甲胺化学合成的饲料添加剂甜菜碱产品。

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 10648 饲料标签
- GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

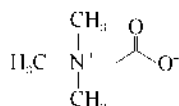
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:三甲基甘氨酸

分子式: $C_5H_{11}NO_2$

相对分子质量:117.15(按 2016 年国际相对原子质量)

结构式:



4 要求

4.1 外观性状

天然甜菜碱为白色、类白色或微黄色至淡褐色结晶性粉末;合成甜菜碱为白色、类白色或微黄色结晶性粉末。

4.2 技术指标

饲料添加剂甜菜碱产品分为天然甜菜碱和合成甜菜碱,合成甜菜碱按含量分为 I 型和 II 型两种规格,技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 甜菜碱技术指标

项 目	指 标		
	I 型	II 型	天然
甜菜碱(以干基计)/ %	≥ 98.0	96.0	96.0
干燥失重/ %	≤ 1.3	2.0	1.5
灼烧残渣/ %	≤ 1.5	2.5	0.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10	10	10
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2.0	2.0	2.0
氯化钠(NaCl)/ %	≤ 0.30	0.30	0.02
总游离胺/氨[(以(CH ₃) ₃ N 计)]/(mg/kg)	≤ 100	100	100
硫酸盐(以 SO ₄ ²⁻ 计)/ %	≤ —	—	0.1

5 试验方法

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的三级水,色谱用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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。

5.1 外观性状

取适量样品于白瓷盘中,在自然光下目视检验其色泽与形态。

5.2 鉴别试验

5.2.1 试剂

5.2.1.1 盐酸溶液:盐酸+水=1+4(体积比)。

5.2.1.2 碘化铊钾溶液:取 0.85 g 碱式硝酸铊溶于 10 mL 乙酸中,加 40 mL 水。取 40 g 碘化钾,用水溶解并定容至 100 mL。将上述两种溶液等体积混合,棕色玻璃容器贮存。

5.2.1.3 碘化铊钾盐酸溶液:取碘化铊钾溶液(5.2.1.2)1 mL,加盐酸溶液(5.2.1.1)2 mL,加水至 10 mL (现用现配)。

5.2.2 鉴别方法

5.2.2.1 称取试样 0.5 g,加 1 mL 水溶解,加入 2 mL 碘化铊钾盐酸溶液(5.2.1.3)。振摇,产生橙红色沉淀。

5.2.2.2 取 5.3.1.4.1 的溶液,按 5.3.1.4.3.3 上机测定,保留时间与标准溶液一致。

5.3 甜菜碱含量的测定

5.3.1 离子色谱法(仲裁法)

5.3.1.1 方法原理

用水溶解试样,将溶液稀释至合适的浓度,用阳离子交换柱和非抑制型电导检测器分离测定。外标

法定量。

5.3.1.2 试剂和材料

5.3.1.2.1 甜菜碱标准品($\geq 99\%$)。

5.3.1.2.2 甲基磺酸储备液:准确移取 2 mL 甲基磺酸于 100 mL 容量瓶中,用水定容摇匀。浓度为 300 mmol/L。

5.3.1.2.3 流动相:准确移取 10 mL 甲基磺酸储备液(5.3.1.2.2)于 1 000 mL 容量中,用水定容摇匀。浓度为 3.0 mmol/L。超声脱气 5 min~10 min。现用现配。

5.3.1.2.4 甜菜碱标准储备液:称取于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 4 h 的甜菜碱标准品(5.3.1.2.1)0.10 g(精确至 0.000 1 g),于 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。该溶液浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.3.1.2.5 滤膜:0.45 μm ,水系。

5.3.1.3 仪器设备

5.3.1.3.1 离子色谱仪:具有阳离子交换分析柱或性能相当的其他分析柱和电导检测器。

5.3.1.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3.1.3.3 电热干燥箱:温度可控制为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.1.4 分析步骤

5.3.1.4.1 提取

称取预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱干燥至恒重的试样约 0.25 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入约 70 mL 的水,待试样溶解后定容。取 2 mL 至 50 mL 容量瓶定容,摇匀,过 0.45 μm 滤膜,待测。

5.3.1.4.2 标准系列溶液制备

准确吸取甜菜碱标准储备液(5.3.1.2.4)1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、50.00 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,用水定容后摇匀。此标准系列的浓度为 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、500.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。现用现配。

5.3.1.4.3 测定

5.3.1.4.3.1 离子色谱参考条件

色谱柱:阳离子交换分析柱,内径 4 mm,长 250 mm,填料粒径 4.5 μm ;或性能相当的其他色谱柱。

流速:1.0 mL/min。

柱温: $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

检测器:电导检测器。

进样量:20 μL 。

5.3.1.4.3.2 标准曲线的绘制

待仪器稳定后,将上述标准系列(5.3.1.4.2)分别注入离子色谱仪,以甜菜碱的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制工作曲线,或计算回归方程。甜菜碱标准溶液色谱图参见附录 A。

5.3.1.4.3.3 试样测定

取试样溶液(5.3.1.4.1)注入离子色谱仪,以峰面积定量。

5.3.1.5 试验数据处理

试样中甜菜碱的含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{\rho_1 V_1 \times 25}{m_1 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——试样色谱峰面积对应的甜菜碱的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_1 ——定容体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

5.3.1.6 结果表示

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

5.3.1.7 重复性

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这两个测定值的算术平均值的 3%。

5.3.2 高氯酸滴定法

5.3.2.1 方法原理

干燥至恒重的试样用冰乙酸溶解,以高氯酸为标准滴定溶液,结晶紫为指示剂进行滴定,由紫色变为蓝绿色为滴定终点。

5.3.2.2 试剂或材料

5.3.2.2.1 冰乙酸。

5.3.2.2.2 乙酸酐。

5.3.2.2.3 结晶紫指示液:5 g/L。

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

5.3.2.3 仪器设备

5.3.2.3.1 酸式滴定管:25 mL。

5.3.2.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3.2.4 试验步骤

称取预先在 105 °C 烘箱干燥至恒重的试样约 0.2 g(精确至 0.000 1 g),加 20 mL 冰乙酸(5.3.2.2.1)溶解,加 10 mL 乙酸酐(5.3.2.2.2)摇匀后,再加结晶紫指示液(5.3.2.2.3)2 滴,用高氯酸标准滴定溶液(5.3.2.2.4)滴定至溶液呈蓝绿色,同时做空白试验。

5.3.2.5 试验数据处理

试样中甜菜碱的含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(2)计算

$$w_2 = \frac{c_2 (V_2 - V_{20}) M_2}{m_2 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_2 ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定试样时消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{20} ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

M_2 ——甜菜碱的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=117.15$)。

5.3.2.6 结果表示

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

5.3.2.7 重复性

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0.2%。

5.4 干燥失重

5.4.1 仪器设备

5.4.1.1 电热干燥箱:温度可控制为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.2 干燥器:用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。

5.4.2 测定步骤

称取试样约1 g(精确至0.000 1 g)于已恒重的称样皿中,放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱(5.4.1.1)中,打开称样皿盖,干燥3 h。取出后盖好,放入干燥器中(5.4.1.2),冷却至室温,称重。再重复干燥1 h,称量至恒重。

5.4.3 试验数据处理

试样的干燥失重 w_3 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_{30} - m_3}{m_{30}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_{30} ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_3 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

5.4.4 结果表示



测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

5.4.5 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.5 灼烧残渣

5.5.1 仪器设备

5.5.1.1 坩埚:瓷质,容积50 mL。

5.5.1.2 高温炉:可控温度 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.1.3 干燥器:用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。

5.5.2 测定步骤

在灼烧至恒重的坩埚(5.5.1.1)中,称取试样约1 g(精确至0.000 1 g),在电炉上小心炭化至无黑烟,

再移入高温炉(5.5.1.2)于 550 °C ± 20 °C 灼烧 3 h~4 h,取出后冷却 1 min 再放入干燥器(5.5.1.3)内,冷却至室温,称量残渣及坩埚的重量。再重复灼烧 1 h,并称量至恒重。

5.5.3 试验数据处理

试样的灼烧残渣 w_4 以质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_{41} - m_{40}}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- m_4 —— 试样的质量,单位为克(g);
- m_{40} —— 空坩埚灼烧后的质量,单位为克(g);
- m_{41} —— 灼烧后坩埚和灼烧残渣的质量,单位为克(g)。

5.5.4 结果表示

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

5.5.5 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

5.6 总砷(以 As 计)含量的测定

按 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.3 的规定执行。

5.7 重金属(以 Pb 计)含量的测定

5.7.1 原理

重金属离子与负二价硫离子在弱酸介质中生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时,形成稳定的棕褐色悬浮液,可用于重金属的目视比色法测定。

5.7.2 试剂或材料

- 5.7.2.1 盐酸。
- 5.7.2.2 硝酸。
- 5.7.2.3 乙酸铵。
- 5.7.2.4 丙三醇。
- 5.7.2.5 硫代乙酰胺。
- 5.7.2.6 氨水。
- 5.7.2.7 硝酸铅。
- 5.7.2.8 酚酞指示液:10 g/L。
- 5.7.2.9 盐酸溶液:7 mol/L。
- 5.7.2.10 氨试液:取氨水 400 mL,加水定容至 1 000 mL。
- 5.7.2.11 乙酸盐缓冲溶液(pH 3.5):取乙酸铵(5.7.2.3)25 g,加水 25 mL 溶解后,加 7 mol/L 盐酸溶液(5.7.2.9)38 mL,调节 pH 至 3.5,加水定容至 1 000 mL。
- 5.7.2.12 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。
- 5.7.2.13 硫代乙酰胺试液:称取硫代乙酰胺(5.7.2.5)4 g,加水使溶解成 100 mL,置于冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 加入混合液[由氢氧化钠溶液(5.7.2.12)15 mL、水 5.0 mL 及丙三醇(5.7.2.4)

20 mL组成]5.0 mL,置于水浴上加热 20 s,冷却,立即使用。

5.7.2.14 铅标准储备液:称取硝酸铅(5.7.2.7)0.160 g,置 1 000 mL 的容量瓶中,加硝酸(5.7.2.2)5 mL 与水 50 mL 溶解后,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。密封后 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。或直接购买浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准溶液。

5.7.2.15 铅标准工作液:准确移取 10 mL 铅标准储备液(5.7.2.14)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。现用现配。

5.7.3 试验步骤

5.7.3.1 试液的制备

称取试样 1.00 g \pm 0.01 g 于坩埚中,在电炉上小心碳化,再放入高温炉于 550 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 3 h。冷却后加硝酸 0.5 mL,蒸干,至氧化氮蒸气除尽后,放冷,加盐酸 2 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加 2 滴酚酞指示液(5.7.2.8),再滴加氨试液(5.7.2.10)至对酚酞指示液显中性,加乙酸盐缓冲液(pH 3.5)(5.7.2.11)2 mL,微热溶解。

5.7.3.2 测定

将试液过滤并转移至纳氏比色管中,加水稀释至 25 mL,再加入硫代乙酰胺试液(5.7.2.13)2 mL,摇匀,于暗处放置 2 min,自上而下透视,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液:移取 1.00 mL 铅标准工作液,与试样同时同样处理。

5.8 总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量的测定

5.8.1 方法原理

试样中的游离胺/氨经碱化蒸馏使氨逸出,用过量的盐酸溶液吸收后,以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定,计算总游离胺/氨的含量。

5.8.2 试剂或材料

5.8.2.1 硫酸溶液:硫酸+水=1+8(体积比)。

5.8.2.2 氢氧化钠溶液:400 g/L。

5.8.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

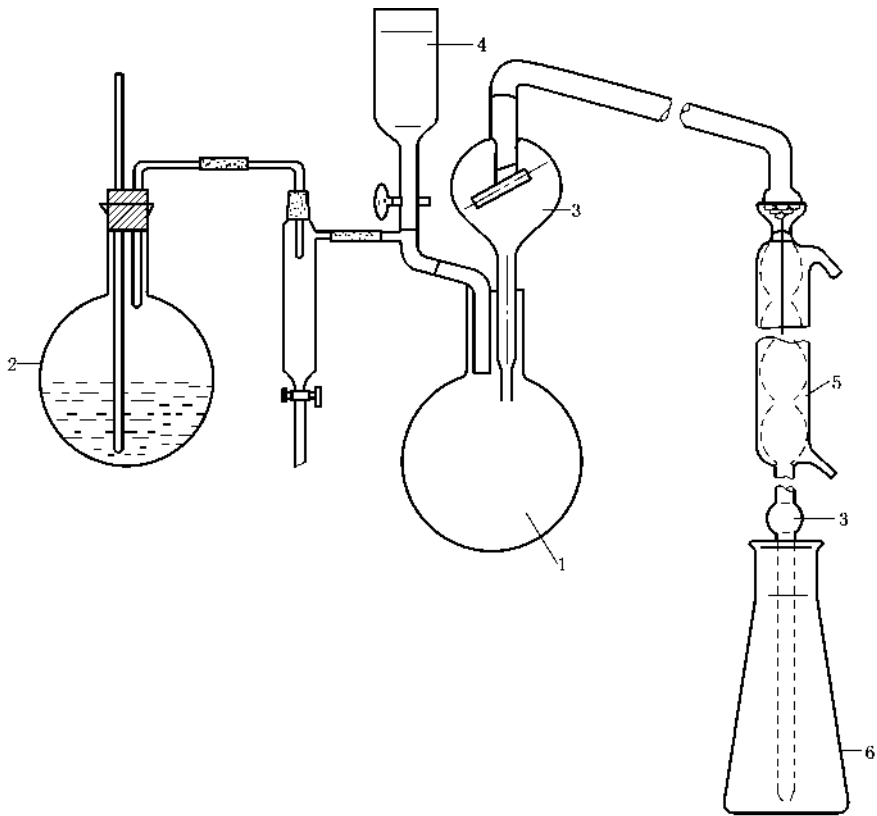
5.8.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.8.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:取 0.1% 甲基红的乙醇溶液 20 mL,加 0.2% 亚甲基蓝溶液 8 mL,摇匀,即得。

5.8.3 仪器设备

5.8.3.1 凯氏蒸馏装置:常量直接蒸馏式。蒸馏仪器示意图见图 1。

5.8.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。



说明:

- 1——圆底烧瓶, 容积为 1 L;
- 2——水蒸气发生瓶, 容积为 1 L;
- 3——单球防溅球管;
- 4——柱形滴液漏斗: 顶端开口, 容积为 100 mL;
- 5——阿里因式冷凝管: 七球泡型, 容积为 100 mL, 导出管上端有一扩大的球泡, 下端为出口;
- 6——接收器。

图 1 蒸馏仪器示意图

5.8.4 试验步骤

称取试样约 10 g(精确至 0.000 1 g)于圆底烧瓶中,加水约 300 mL 振荡使试样溶解。

准确量取 25 mL 盐酸标准滴定溶液(5.8.2.4),置于接收器中,加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,并使冷凝管的下端插入液面之下,必要时加水调节。

加 20 mL 氢氧化钠溶液(5.8.2.2)于柱形滴液漏斗中,开启漏斗活塞,加氢氧化钠溶液于圆底烧瓶中,当漏斗中氢氧化钠溶液剩余约 2 mL 时,关闭活塞。

向水蒸气发生瓶中加水至总容积的三分之二处,加 2 mL 硫酸溶液(5.8.2.1),使溶液呈酸性。开启水蒸气发生瓶的加热装置,用调压器控制加热速度,加热至沸,水蒸气通入圆底烧瓶内,调节水蒸气进入量,使圆底烧瓶中的内容物保持微沸,当蒸馏液收集至约 100 mL 时,稍稍移动接收器,使导出管靠在接收器壁上,用广泛 pH 试纸检验馏出液,馏出液呈中性时,移去热源,用水冲洗冷凝管及其扩大的球泡,洗涤液收集在接收器中,用氢氧化钠标准滴定溶液(5.8.2.3)滴定至灰绿色为终点。

同时,做空白试验。

5.8.5 试验数据处理

试样中总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]的含量 w_5 ,以质量分数表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{c_5 (V_{50} - V_{51}) M_5 \times 1\,000}{m_5} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c_5 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{50} ——空白消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{51} ——试样消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_5 ——三甲胺的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_5 = 59.1$);

m_5 ——试样的质量,单位为克(g)。

5.8.6 结果表示

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

5.8.7 重复性

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 30 mg/kg。

5.9 氯化钠(NaCl)含量的测定

5.9.1 合成甜菜碱

5.9.1.1 方法原理

试样中的氯离子溶解于水溶液中,加入硝酸银标准溶液使氯化物生成氯化银沉淀,过量的硝酸银溶液用硫氰酸铵或硫氰酸钾标准溶液滴定。

5.9.1.2 试剂或材料

5.9.1.2.1 硝酸。

5.9.1.2.2 硫酸铁铵饱和溶液:用硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 制备。

5.9.1.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.9.1.2.4 硫氰酸铵或硫氰酸钾标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0.1 \text{ mol/L}$, $c(\text{KSCN}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.9.1.3 仪器设备

5.9.1.3.1 分析天平:感量 0.1 mg。

5.9.1.3.2 酸式滴定管:25 mL。

5.9.1.4 试验步骤

称取预先在 105 °C 烘箱干燥至恒重的试样约 10 g(精确至 0.000 1 g)于锥形瓶中,用 100 mL 水溶解。加 5 mL 硝酸(5.9.1.2.1),2 mL 硫酸铁铵饱和溶液(5.9.1.2.2),并从加满硫氰酸铵或硫氰酸钾标准滴定溶液(5.9.1.2.4)至 0 刻度的滴定管中滴加 2 滴硫氰酸铵或硫氰酸钾标准滴定溶液。

用硝酸银标准滴定溶液(5.9.1.2.3)滴定直至红棕色消失,再加入 5 mL 过量的硝酸银滴定溶液(5.9.1.2.3),剧烈摇动使沉淀凝聚。用硫氰酸铵或硫氰酸钾标准滴定溶液(5.9.1.2.4)滴定过量的硝酸银溶液,直至产生红棕色能保持 30 s 不褪色。

同时,做空白试验。

5.9.1.5 试验数据处理

试样中氯化钠(NaCl)的含量 ω_6 以质量分数(%)表示,按式(6)计算:

$$\omega_6 = \frac{M_6 \times [(V_{s1} - V_{s0}) \times c_s - (V_{t1} - V_{t0}) \times c_t]}{m_6 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- M_6 ——氯化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_6 = 58.44$);
- V_{s1} ——试样溶液滴加硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_{s0} ——空白溶液滴加硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL);
- c_s ——硝酸银标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_{t1} ——试样溶液滴加硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_{t0} ——空白溶液滴加硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液体积,单位为毫升(mL);
- c_t ——硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m_6 ——试样的质量,单位为克(g)。

5.9.1.6 结果表示

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

5.9.1.7 重复性

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 0.1%。

5.9.2 天然甜菜碱

5.9.2.1 仪器设备

5.9.2.1.1 分析天平:感量 0.1 mg。

5.9.2.2 试剂

5.9.2.2.1 氯化物储备液(1 mL 溶液含有 0.1 mg Cl^-):称取 0.165 g 于 500 °C~600 °C 灼烧至恒重的氯化钠,溶于超纯水,并定容至 1 000 mL。

5.9.2.2.2 氯化物标准溶液(1 mL 溶液含有 0.01 mg Cl^-):准确移取氯化物储备液(5.9.2.2.1)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用超纯水稀释并定容。

5.9.2.2.3 硝酸溶液:25%。量取 308 mL 硝酸,用超纯水稀释至 1 000 mL。

5.9.2.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。称取 1.7 g 硝酸银,用超纯水溶解并定容至 100 mL。

5.9.2.3 试验步骤

称取试样 5 g(精确至 0.01 g)于烧杯中,用超纯水溶解并定容至 100 mL。过滤,取滤液 10 mL 于 25 mL 纳氏比色管中。

准确移取 5 mL 氯化物标准溶液(5.9.2.2.2)于另一支 25 mL 纳氏比色管中。

在上述两支纳氏比色管中,分别加入 1 mL 硝酸溶液(5.9.2.2.3)和 1 mL 硝酸银溶液(5.9.2.2.4),加超纯水定容至 25 mL。摇匀,静置 10 min。

试样溶液所呈浊度不得大于标准溶液。

5.10 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)含量的测定

5.10.1 方法原理

根据钡离子与硫酸根离子生成硫酸钡沉淀的原理,通过比较试样溶液与标准溶液的混浊程度,判断硫酸盐的含量。

5.10.2 仪器设备

电子天平:感量 0.01 g。

5.10.3 试剂

5.10.3.1 硫酸根标准溶液, SO_4^{2-} 浓度为 1 000 mg/L,可直接购买。

5.10.3.2 盐酸溶液:10%。

5.10.3.3 氯化钡溶液:120 g/L。

5.10.4 试验步骤

称取试样约 10 g,精确至 0.01 g,于 200 mL 容量瓶中,用水溶解并定容,摇匀,过滤。准确移取 20 mL 滤液于 50 mL 烧杯中。

另移取 19 mL 的水于另一 50 mL 烧杯中,加入 1 mL 硫酸根标准溶液(5.10.3.1)。可根据试样含硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)量的高低,而加入不同体积的硫酸根标准溶液。

在上述两个 50 mL 烧杯中分别加入 1 mL 盐酸溶液(5.10.3.2)和 3 mL 氯化钡溶液(5.10.3.3),混匀后,静置 10 min,比较试样溶液和标准溶液的混浊度。

试样溶液所呈浊度不得大于标准溶液。

6 检验规则

6.1 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产品为一批。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为甜菜碱含量、外观性状、干燥失重、灼烧残渣。

6.4 型式检验

型式检验项目为第 4 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。在有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- 产品定型投产时;
- 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;
- 停产 3 个月以上,重新恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- 饲料管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

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、运输和贮存

7.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

7.2 包装

内袋采用聚乙烯材料或其他适宜的材质,外包装采用包装袋或包装箱。

7.3 运输

应保证运输工具的洁净,防止有毒有害物质的污染;防日晒、雨淋、防潮。

7.4 贮存

贮存仓库应清洁、干燥、通风、避免阳光直射,堆放时应离地。防止受潮、虫、鼠及有毒有害物质的污染。

8 保质期

未开启包装的样品,在规定的运输、贮存条件下,保质期为 12 个月。

附录 A
(资料性附录)
甜菜碱标准溶液色谱图

甜菜碱标准溶液色谱图见图 A.1。

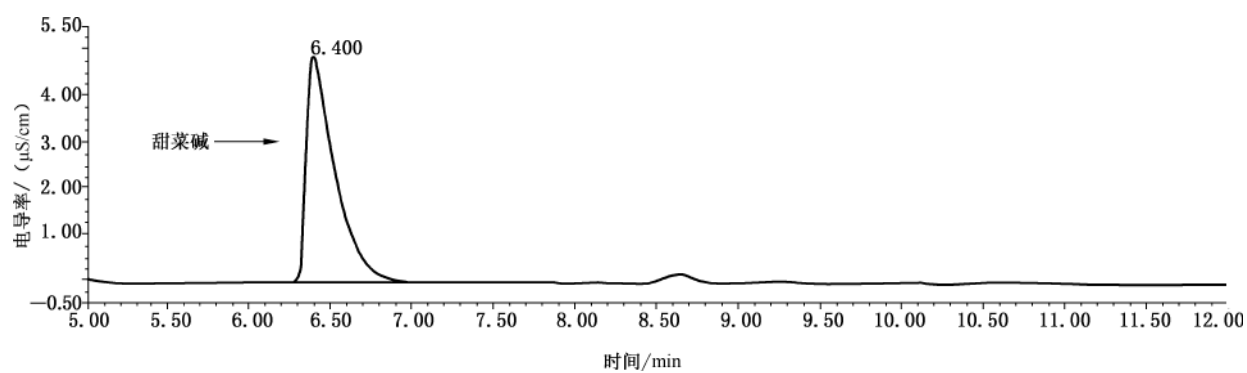


图 A.1 甜菜碱标准溶液(浓度为 $100.0 \mu\text{g}/\text{mL}$)色谱图