



中华人民共和国国家标准

GB/T 7297—2006
代替 GB 7297—1987

饲料添加剂 维生素 B₂ (核黄素)

Feed additive—Vitamin B₂ (riboflavin)

2006-12-20 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准是 GB 7297—1987《饲料添加剂 维生素 B₂(核黄素)》的修订版。

本标准与 GB 7297—1987 主要差异如下：

- 含量、感光黄素参照欧洲药典进行测定；
- 增加有毒有害指标砷、铅允许量及检测方法。

本标准自实施之日起代替 GB 7297—1987。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：李兰、赵小阳、闫惠文、马冬霞、王彤。

饲料添加剂 维生素 B₂(核黄素)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 B₂(核黄素)产品的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于生物发酵法或化学合成法制得的维生素 B₂,在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

分子式: C₁₇H₂₀N₄O₆

相对分子质量: 376.37(1999 年国际相对原子质量)

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 6435 饲料水分的测定方法

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 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14699.1 饲料 采样

中华人民共和国药典(2005 年版)

3 要求

3.1 规格

96%,98%。

3.2 外观

本品为黄色至橙色粉末,微臭。

3.3 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目	规 格	指 标
含量(以 C ₁₇ H ₂₀ N ₄ O ₆ 干燥品计)/(%)	96%	96.0~102
	98%	98.0~102
比旋度([α] _D)	-115°~-135°	
感光黄素(吸收值)	≤0.025	
干燥失重/(%)	≤1.5	
炽灼残渣/(%)	≤0.3	
铅/(mg/kg)	≤10.0	
砷/(mg/kg)	≤3.0	

4 试验方法

4.1 试剂和溶液

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1.1 连二亚硫酸钠。

4.1.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=2\text{ mol/L}$ 。

4.1.3 无碳酸盐的氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.05\text{ mol/L}$;将一定量的蒸馏水煮沸放冷配制氢氧化钠溶液即得。

4.1.4 冰乙酸。

4.1.5 乙酸钠溶液:1.4%。

4.1.6 三氯甲烷。

4.1.7 无水硫酸钠。

4.1.8 无乙醇的三氯甲烷:取三氯甲烷(4.1.6)20 mL,置分液漏斗中,加水 20 mL,缓缓振摇 3 min,静置,分取三氯甲烷,再用水振摇 2 次,每次 20 mL,三氯甲烷用干燥滤纸滤过,加无水硫酸钠(4.1.7)5 g,充分振摇 5 min,放置 2 h,倾取上层澄清的三氯甲烷,即得。

4.1.9 硫酸。

4.2 仪器和设备

4.2.1 实验室常用设备。

4.2.2 紫外分光光度计,附 1 cm 比色皿。

4.2.3 旋光仪。

4.2.4 原子吸收分光光度计。

4.3 鉴别试验

4.3.1 称取样品约 1 mg,加水 100 mL 溶解后,溶液在透射光下显黄绿色并有强烈的黄绿色荧光;分成 2 份,1 份中加无机酸或碱溶液,荧光即消失;另一份中加连二亚硫酸钠结晶少许,摇匀后,黄色即消退,荧光即消失。

4.3.2 按含量测定制备溶液,用分光光度计测定,以 1 cm 比色皿在 200 nm~500 nm 波长范围内测定试样溶液的吸收光谱,应在 267 nm \pm 1 nm、375 nm \pm 1 nm、444 nm \pm 1 nm 的波长处有最大吸收。

375 nm 处吸收度与 267 nm 处吸收度的比值应为 0.31~0.33;444 nm 处吸收度与 267 nm 处吸收度的比值应为 0.36~0.39。

4.4 维生素 B₂ 含量的测定

4.4.1 原理

试样中维生素 B₂ 经碱溶解后,其在试液中的浓度与 444 nm 波长下的紫外吸收值成正比,依此测定其百分含量。

4.4.2 分析步骤

注意:避光操作!

称取试样约 0.065 g(精确至 0.000 2 g),置 500 mL 棕色容量瓶中,加 5 mL 水,使样品完全湿润,加 5 mL 氢氧化钠溶液(4.1.2)使其全部溶解,立即加入 100 mL 水和 2.5 mL 冰乙酸(4.1.4),加水稀释至刻度,摇匀。精密吸取 10 mL 试液置 100 mL 棕色容量瓶中,加乙酸钠溶液(4.1.5)1.8 mL,并用水稀释至刻度,摇匀。另取乙酸钠溶液(4.1.5)1.8 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,作为空白,于 1 cm 比色皿内,用紫外分光光度计在 444 nm 处测定吸光度。

4.4.3 结果计算

维生素 B₂ 含量 X_1 (以质量分数表示,数值以%计),按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A \times 5\,000}{328 \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A——试液(4.4.2)在 444 nm±1 nm 波长处测得的吸光度;

5 000——稀释倍数;

328——维生素 B₂ 在 444 nm±1 nm 波长处的吸光系数;

m——试样质量,单位为克(g)。

4.4.4 重复性

结果保留三位有效数字。

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差应不大于 2%。

4.5 比旋度的测定

称取 50.0 mg 的样品置于试管中,加 10 mL 无碳酸盐的氢氧化钠溶液(4.1.3)溶解,在 30 min 内测定旋光值。

4.6 感光黄素的测定

称取样品 25.0 mg,加无乙醇的三氯甲烷(4.1.8)10 mL,振摇 5 min,过滤。滤液在紫外分光光度计 440 nm 处测定吸光度。

4.7 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 测定。

4.8 炽灼残渣的测定

4.8.1 测定方法

称取样品 1 g~2 g(准确至 0.01 g),置于已在 700℃~800℃灼烧至恒量的瓷坩埚中,用小火缓缓加热至完全碳化,放冷后,加硫酸(4.1.9)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℃~800℃下灼烧至恒量。

4.8.2 计算和结果表示

炽灼残渣含量 X_2 (以质量分数表示,数值以%计),按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——坩埚加残渣质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚质量,单位为克(g);

m——样品质量,单位为克(g)。

4.8.3 重复性

结果保留两位有效数字。

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差应不大于 5%。

4.9 铅的测定

按 GB/T 13080 测定。

4.10 砷的测定

准确称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g),按照中华人民共和国药典(2005 年版)砷的测定法 第一法(古蔡氏法)测定。

5 检验规则

5.1 生产企业应保证所有产品均符合本标准规定的要求。每批产品都应附有产品合格证。

本标准规定的项目除砷、铅外为出厂检验项目。

5.2 型式检验:有下列情况之一时,应对饲料添加剂维生素 B₂ 的质量进行型式检验,检验项目包括本标准规定的所有项目:

- a) 正式生产后,原料、工艺改变时;
- b) 正式生产后,每半年进行一次型式检验;
- c) 停产恢复生产,要进行应型式检验;
- d) 产品质量监督部门提出进行型式检验的要求时。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的维生素 B₂ 产品进行验收,验收时间在货到 1 个月内进行。

5.4 采样方法:按 GB/T 14699.1 的规定进行。抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶,瓶上贴有标签并注明生产厂家、产品名称、批号、取样日期。抽样时,用清洁适用的取样工具插入料层深度四分之三处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分,每批样品分两份,每份样量应为检验所需试样的 3 倍量,装入样品瓶中,一瓶供检验用,一瓶密封保存备查。

5.5 判定规则:若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应加倍抽样进行复验,复验结果即使只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 仲裁:如供需双方对产品质量发生异议,可由双方协商选定仲裁单位,按本标准的检验规则和检验方法进行仲裁检验。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

6.2 包装

本品采用避光、密封、防潮(或根据用户要求)包装。

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

本品应贮存在避光、阴凉、通风、干燥处;开封后尽快使用,以免变质。

本品在规定的包装、贮存条件下,保质期为 36 个月。
