



中华人民共和国国家标准

GB/T 9841—2006
代替 GB 9841—1988

饲料添加剂 维生素 B₁₂ (氰钴胺) 粉剂

Feed additive—
Vitamin B₁₂ powder (cyanocobalamin cobione)

2006-02-24 发布

2006-07-01 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

本标准是GB 9841—1988《饲料添加剂 维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂》的修订版。

本标准与GB 9841—1988主要技术差异如下：

——删去原标准鉴别试验中4.3.2方法；

——本标准不再包括标示量为10%的产品，产品粉剂中维生素 B₁₂的标示量为0.1%、0.5%、1%、……5%；

主要成分含量的测定，参考GB/T 17819—1999《维生素预混料中维生素 B₁₂的测定 高效液相色谱法》及国内外先进企业标准方法，由紫外分光光度法测定改为高效液相色谱法测定，改后的方法，可有效消除其他色素杂质干扰，使检测结果更准确可靠；

——规定维生素 B₁₂标准品应符合中华人民共和国药典；

——补充规定砷、铅允许量及检测方法；

——干燥失重的测定按照GB/T 6435执行。

本标准自实施之日起代替GB 9841—1988。

本标准的附录A为规范性附录。

本标准由国家标准化管理委员会提出。

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：赵小阳、秦德成、虞哲高、田河山、同惠文、李兰、刘庆生、李丽霞、王彤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 9841—1988。

饲料添加剂 维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂

1 范围

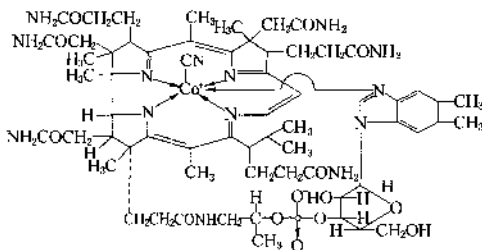
本标准规定了饲料添加剂维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂产品的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于以维生素 B₁₂(氰钴胺)为原料,加入碳酸钙、玉米淀粉等其他适宜的稀释剂制成的维生素 B₁₂粉剂(其标示量为 0.1%、0.5%、1%、……5%)。

分子式: C₄₃H₆₃CoN₁₄O₁₁P

相对分子质量: 1355.38(1999 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 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 6435 饲料水分的测定方法

GB/T 6582 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13080—2004 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 17819—1999 维生素预混料中维生素 B₁₂的测定 高效液相色谱法

中华人民共和国药典

3 要求

3.1 外观

本品为浅红色至棕色细微粉末,具有吸湿性。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

指标名称		指标
含量(以 $C_{20}H_{38}CoN_4(O_2, P)$ 计)/(是标示量的)%]		90~130
钾/(mg/kg)		≤ 3.0
铅/(mg/kg)		≤ 10.0
干燥失重/(%)	以玉米淀粉等为稀释剂	≤ 12.0
	以碳酸钙为稀释剂	≤ 5.0
粒度	全部通过 0.25 mm 孔径标准筛	

4 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为优级纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定,标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603。

4.1 试剂和溶液

4.1.1 25%乙醇溶液(体积分数)。

4.1.2 甲醇:色谱纯。

4.1.3 冰乙酸。

4.1.4 1-己烷磺酸钠:色谱级。

4.1.5 维生素 B_{12} 标准品:符合中华人民共和国药典。

4.1.6 维生素 B_{12} 标准贮备溶液:称取约 0.1 g(精确至 0.000 2 g)维生素 B_{12} 标准品(4.1.5),置于 100 mL 棕色容量瓶中,加适量 25%乙醇溶液使其溶解,并稀释定容至刻度,摇匀。该标准储备液每毫升含维生素 B_{12} 1 mg。

4.1.7 维生素 B_{12} 标准工作液:准确吸取维生素 B_{12} 标准储备液(4.1.6)1.00 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释定容至刻度,摇匀。该标准工作液每毫升含维生素 B_{12} 10 μ g。

维生素 B_{12} 标准工作液的浓度按下述方法测定和计算:

以水为空白溶液,用紫外分光光度计测定维生素 B_{12} 标准工作液在 361 nm 处的最大吸收度,维生素 B_{12} 标准工作液的浓度 X 以微克每毫升(μ g/mL)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times 10\,000}{207} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A—维生素 B_{12} 标准工作液在 361 nm 波长处测得的吸收度;

207—维生素 B_{12} 标准百分吸收系数($E_{1\%}^{1cm} = 207$);

10 000—维生素 B_{12} 标准工作液浓度单位换算系数。

4.2 仪器和设备

实验室常用设备以及以下仪器和设备。

4.2.1 超声波水浴。

4.2.2 超纯水装置。

4.2.3 紫外分光光度计。

4.2.4 石英比色皿(1 cm)。

4.2.5 高效液相色谱仪,带紫外可调波长检测器(或二极管阵列检测器)。

4.2.6 原子吸收分光光度计。

4.3 鉴别试验

注意：以下操作过程，需在避光条件下进行。

取试样溶液(4.4.2.1)，用分光光度计测定，以1 cm石英比色皿在300 nm~600 nm波长范围内测定试样溶液的吸收光谱，应在361 nm+1 nm, 350 nm-2 nm的波长处有最大吸收峰。

4.4 维生素 B₁₂ 含量的测定

4.4.1 原理

试样中维生素 B₁₂ 经水提取后，注入反相色谱柱上，与流动相中离子对试剂形成离子偶合物，用流动相洗脱分离，外标法计算维生素 B₁₂ 的含量。

4.4.2 分析步骤

4.4.2.1 试液的制备

根据产品含量(参考附录 A)，称取试样约 0.1 g~1 g(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加约 60 mL 水，在超声波水浴中超声提取 15 min，冷却至室温，用水定容至刻度，混匀，过滤，滤液过 0.45 μm 滤膜，供高效液相色谱仪分析。

4.4.2.2 色谱条件

固定相：C₁₈ 柱；内径 4.6 mm，长 150 mm，粒度 5 μm。

流动相：每升水溶液中含 300 mL 的甲醇(4.1.2)、1 g 的己烷磺酸钠(4.1.4)和 10 mL 的冰乙酸(4.1.3)，过滤、超声脱气。

流速：0.5 mL/min。

检测器：紫外可调波长检测器(或二极管阵列检测器)，检测波长 361 nm。

进样量：20 μL。

4.4.2.3 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数，向色谱柱中注入维生素 B₁₂ 标准工作液(4.1.7)及试样溶液(4.4.2.1)，得到色谱峰面积响应值，用外标法定量。

也可采用 GB/T 17819—1999 中 6.2 的方法测定维生素 B₁₂ 的含量。

4.4.3 结果计算

4.4.3.1 试样中维生素 B₁₂ (C₆₂H₈₈CoN₁₄O₁₄P) 含量 X₁ 以质量分数(%)表示，按式(2)计算：

$$X_1 = \frac{P_1 \cdot c \times 100}{P_m \times m} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

P₁ ——试液(4.4.2.1)峰面积；

c ——维生素 B₁₂ 标准工作液(4.1.7)浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

100 ——试液(4.4.2.1)稀释倍数；

P_m ——维生素 B₁₂ 标准工作液(4.1.7)峰面积；

m ——试样质量，单位为克(g)。

4.4.3.2 试样中维生素 B₁₂ 占标示量的质量分数(%)以 X₂ 表示，按式(3)计算：

$$X_2 = \frac{X_1}{K} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

K ——产品中维生素 B₁₂ 标示量。

平行测定结果用算术平均值表示，保留三位有效数字。

4.4.4 重复性

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%。

4.5 砷的测定

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

0.000 2 g),使用砷标准溶液 3 mL。

4.6 铅的测定

按 GB/T 13080—2004 的方法测定。

4.7 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 测定。

5 检验规则

5.1 饲料添加剂维生素 B₁₂应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验,本标准规定所有指标为出厂检验项目,生产企业应保证所有维生素 B₁₂产品均符合本标准规定的要求。每批产品检验合格后方可出厂。

5.2 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的维生素 B₁₂产品进行验收,检验其指标是否符合本标准的要求。

5.3 采样方法:抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶,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。

5.4 判定规则:若检验结果有一项指标不符合标准要求时,应加倍抽样进行复验,复验结果仍有一项指标不符合标准要求时,则整批产品判为不合格品。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 要求执行。

6.2 包装

本品采用铝薄膜袋或其他避光密闭容器包装。

6.3 运输

本品在运输过程中应防湿、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本品应贮存在通风、干燥、无污染、无有害物质的地方。

本品在规定的贮存条件下,保质期为 24 个月。

附录 A
(规范性附录)

产品中维生素 B₁₂ 的标示量、称样量及提取液稀释体积示例

表 A.1 标示量、称样量及提取液稀释体积

标示量/ (%)	称样量/ g	提取液体积/ mL	提取液中维生素 B ₁₂ 浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
0.1	1.000 0	100.0	10
0.5	0.400 0	100.0	20
1.0	0.100 0	100.0	10
5.0	0.100 0	250.0	20