



中华人民共和国国家标准

GB/T 21515—2008

饲料添加剂 天然甜菜碱

Feed additive—Natural betaine

2008-03-03 发布

2008-05-01 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

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)。

本标准主要起草人：李俊玲、张兴会、刘华阳、宫玲玲、战余铭、李会荣。

本标准首次发布。

饲料添加剂 天然甜菜碱

1 范围

本标准规定了由甜菜糖蜜经色谱方法分离并加工而成的饲料添加剂天然甜菜碱的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存等。

本标准适用于饲料添加剂天然甜菜碱。

分子式： $C_5H_{11}NO_2$

结构式： $(CH_3)_3N^+-CH_2-COO^-$

相对分子质量：117.15(2001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 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

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(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,1DT)

3 要求

3.1 感官性状

本品为白色或淡褐色结晶性粉末，可自由流动，味微甜。

3.2 技术指标

技术指标应符合表1的要求。

表1 技术指标

项 目		指 标
甜菜碱(以干基计)的质量分数/%	≥	96.0
干燥失重的质量分数/%	≤	1.5
抗结块剂(硬脂酸钙)的质量分数/%	≤	1.5
炽灼残渣的质量分数/%	≤	0.5
重金属(以Pb计)的质量分数/%	≤	0.001
砷(以As计)的质量分数/%	≤	0.000 2
硫酸盐(以SO ₄ ²⁻ 计)的质量分数/%	≤	0.1
氯(以Cl ⁻ 计)的质量分数/%	≤	0.01

4 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水,色谱用水符合 GB/T 6682 一级水的规定。

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。

4.1 感官性状的测定

采用目测及品尝检验。

4.2 鉴别试验

4.2.1 试剂

4.2.1.1 乙酸。

4.2.1.2 碘化钾。

4.2.1.3 盐酸。

4.2.1.4 盐酸溶液(1+4)。

4.2.1.5 碘化铋钾溶液:取 0.85 g 碱式硝酸铋溶于 10 mL 乙酸和 40 mL 的水中。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)。

4.2.1.6 改良碘化铋钾溶液:取碘化铋钾溶液(4.2.1.5)1 mL,加盐酸溶液(4.2.1.4)2 mL,加水至 10 mL(现用现配)。

4.2.1.7 硝酸银溶液(17 g/L):取 17 g 硝酸银,用水溶解并定容至 1 000 mL。

4.2.1.8 硝酸溶液(1+9)。

4.2.2 鉴别方法

4.2.2.1 称取试样 0.5 g,加 1 mL 水溶解,加入 2 mL 改良碘化铋钾溶液(4.2.1.6)。振摇,产生橙红色沉淀。

4.2.2.2 本品的水溶液不显示氯化物的鉴别反应:称取适量试样,加水溶解,过滤。取适量滤液,加硝酸溶液(4.2.1.8)使成酸性后,加硝酸银溶液(4.2.1.7),不能生成白色凝乳沉淀。

4.2.2.3 取 4.3.1.4.1 项试样溶液,按 4.3.1.4.3.3 上机测定,保留时间与标准溶液一致。

4.3 甜菜碱含量的测定

4.3.1 离子色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 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。将样品的色谱峰与甜菜碱标准样品的色谱峰相比较,根据保留时间定性,峰面积定量。

4.3.1.2 试剂

4.3.1.2.1 一水甜菜碱标准样品:甜菜碱的质量分数 $\geq 99\%$ 。

4.3.1.2.2 甲烷磺酸。

4.3.1.2.3 乙腈:色谱纯。

4.3.1.2.4 甲烷磺酸储备液:取 2.0 mL 甲烷磺酸(4.3.1.2.2)于 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容。浓度为 300 mmol/L。

4.3.1.2.5 甲烷磺酸工作液:取 10.0 mL 甲烷磺酸储备液(4.3.1.2.4)于 1 000 mL 容量中,用超纯水定容。浓度为 3.0 mmol/L。

4.3.1.2.6 流动相:甲烷磺酸工作液(4.3.1.2.5)+乙腈(4.3.1.2.3)=90+10,混匀,超声脱气 5 min~10 min。现用现配。

4.3.1.2.7 甜菜碱标准贮备溶液:称取 140℃ \pm 2℃烘干 18 h 的一水甜菜碱标准样品 0.10 g,精确至 0.000 2 g,于 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容,摇匀。该溶液的浓度为 1 000 μ g/mL。

4.3.1.3 仪器

4.3.1.3.1 离子色谱仪:具阳离子交换分离柱或性能相当的其他分析柱和电导检测器。

4.3.1.3.2 淋洗液贮存罐。

4.3.1.3.3 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3.1.3.4 电热干燥箱:温度可控制为 105℃±2℃和 140℃±2℃。

4.3.1.4 分析步骤

4.3.1.4.1 提取

称取预先在 105℃烘箱干燥至恒重的试样约 0.1 g,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 容量瓶中,加入约 70 mL 的超纯水,待试样溶解后定容。10 倍稀释后过 0.45 μm 膜,待测。

4.3.1.4.2 系列标准溶液的制备

准确吸取标准贮备溶液(4.3.1.2.7)1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 置 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容后摇匀,此标准系列的浓度为 10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL。现用现配。

4.3.1.4.3 测定

4.3.1.4.3.1 离子色谱参考条件

流速:1.0 mL/min;

柱温:40℃;

检测器:电导检测器;

进样量:25 μL;

流动相:甲烷磺酸工作液(4.3.1.2.5)。

4.3.1.4.3.2 标准曲线的绘制

将上述系列标准溶液(4.3.1.4.2)从低浓度到高浓度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,并计算回归方程。

4.3.1.4.3.3 试样测定

取试样溶液(4.3.1.4.1)注入离子色谱仪,以峰面积定量。

4.3.1.5 结果计算

甜菜碱的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 V_1 \times 10}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——试样色谱峰面积对应的甜菜碱的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_1 ——定容体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.3.1.6 允许差

以算术平均值为测定结果,两次平行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%。

4.3.2 高氯酸滴定法

4.3.2.1 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。

4.3.2.2 试剂

4.3.2.2.1 冰乙酸。

4.3.2.2.2 乙酸酐。

4.3.2.2.3 结晶紫指示液:5 g/L。

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

4.3.2.3 仪器设备

4.3.2.3.1 酸式滴定管:25 mL。

4.3.2.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3.2.4 测定步骤

称取预先在 105℃ 烘箱干燥至恒重的试样约 0.2 g,精确至 0.000 2 g,加 20 mL 冰乙酸(4.3.2.2.1)溶解,加 10 mL 乙酸酐(4.3.2.2.2)和 2 滴结晶紫指示液(4.3.2.2.3),用高氯酸标准滴定溶液(4.3.2.2.4)滴定至溶液呈蓝绿色,同时做空白试验。

4.3.2.5 结果计算

甜菜碱的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c_2(V_2 - V_0)M}{m_2 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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_0 ——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 ——甜菜碱的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=117.15$);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

4.3.2.6 允许差

以算术平均值为测定结果,两次平行测定结果绝对差值不大于 0.2%。

4.4 干燥失重含量的测定

4.4.1 仪器设备

4.4.1.1 电热干燥箱:温度可控制为 105℃±2℃。

4.4.1.2 干燥器:用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。

4.4.2 测定步骤

称取试样约 1 g,精确至 0.000 2 g,于已恒重的称样皿中,放入 105℃±2℃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,称重。再重复干燥 1 h,称量至恒重。

4.4.3 结果计算

干燥失重的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_3 ——干燥前试料的质量,单位为克(g);

m_4 ——干燥后试料的质量,单位为克(g)。

4.4.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.5 炽灼残渣含量的测定

4.5.1 仪器设备

4.5.1.1 高温炉:可控温度 550℃±20℃。

4.5.1.2 干燥器:用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。

4.5.1.3 坩埚:瓷质,容积 50 mL。

4.5.2 测定步骤

在炽灼至恒重的坩埚中,称取试样约 1 g,精确至 0.000 2 g,在电炉上小心炭化至无黑烟,再移入高温炉于 550℃±20℃灼烧 3 h~4 h,取出后冷却 1 min 再放入干燥器内,冷却至室温,称量残渣及坩埚的重量。再重复炽灼 1 h,并称量至恒重。

4.5.3 结果计算

炽灼残渣的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_7 - m_6}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_7 ——炽灼后坩埚和炽灼残渣的质量,单位为克(g);

m_6 ——空坩埚炽灼后的质量,单位为克(g);

m_5 ——试料的质量,单位为克(g)。

4.5.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

4.6 重金属(以 Pb 计)含量的测定

按 GB/T 13080 规定执行。

4.7 砷含量的测定

按 GB/T 13079 规定执行。

4.8 抗结块剂(硬脂酸钙)含量的测定

4.8.1 仪器设备

4.8.1.1 烘箱:可控温度 105℃±2℃。

4.8.1.2 干燥器:用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。

4.8.1.3 玻璃砂坩埚:孔径≤8 μm。

4.8.2 测定步骤

称取试样约 10 g,精确至 0.000 2 g,溶于 100 mL 水中,搅拌使试样充分溶解。用预先在 105℃±2℃烘至恒重的玻璃砂坩埚抽滤,再用水充分洗涤干净,将玻璃砂坩埚放入烘箱于 105℃±2℃烘干 1 h,取出后放入干燥器内,冷却至室温,称量残渣及坩埚的质量。

4.8.3 结果计算

抗结块剂(硬脂酸钙)的质量分数 w_5 ,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_{10} - m_9}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_{10} ——玻璃砂坩埚和抗结块剂(硬脂酸钙)干燥后的质量,单位为克(g);

m_9 ——空玻璃砂坩埚干燥后的质量,单位为克(g);

m_8 ——试料的质量,单位为克(g)。

4.8.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

4.9 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)的测定

4.9.1 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,来判断硫酸盐的含量。

4.9.2 仪器设备

电子天平:感量 0.01 g。

4.9.3 试剂

4.9.3.1 氯化钡溶液(120 g/L)。

4.9.3.2 硫酸根标准溶液:SO₄²⁻浓度为1 000 mg/L,可直接购买。

4.9.3.3 盐酸溶液(10%)。

4.9.4 操作步骤

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0.45 μm滤膜。准确移取20 mL滤液于50 mL烧杯中。

另移取20 mL的水于另一50 mL烧杯中,加入100 μL硫酸根标准溶液(4.9.3.2)。可根据试样含硫酸盐(以SO₄²⁻计)量的高低,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(4.9.3.3)和3 mL氯化钡溶液(4.9.3.1),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。

4.10 氯(以Cl⁻计)的测定

4.10.1 仪器设备

分析天平:感量0.1 mg。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 氯化物(1 mL溶液含有0.1 mg Cl⁻):称取0.165 g于500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于超纯水,并定容至1 000 mL。

4.10.2.2 氯化物(1 mL溶液含有10 μg Cl⁻):准确移取氯化物标准溶液(4.10.2.1)10 mL于100 mL容量瓶中,用超纯水稀释并定容。

4.10.2.3 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。

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

4.10.3 测定步骤

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钠氏比色管中。

准确移取5 mL氯化物标准溶液(4.10.2.2)于另一支25 mL钠氏比色管中。

在上述两支钠氏比色管中,分别加入1 mL硝酸(4.10.2.4)和1 mL硝酸银溶液(4.10.2.3),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 检验规则

5.1 组批规则

以每釜一次投料生产的产品量为一批次。

5.2 抽样方法

按GB/T 14699.1的规定执行。

5.3 出厂检验

每批产品应进行出厂检验。检验项目为感官性状、干燥失重、甜菜碱含量、硬脂酸钙。检验合格的,签发检验合格证后,方可入库或出厂。

5.4 型式检验

正常情况下,每年至少进行一次型式检验,检验项目为本标准第3章规定的所有项目。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;

- c) 停产 3 个月,恢复生产时;
- d) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时;
- e) 合同规定。

5.5 判定规则

检验结果全部符合本标准规定要求的判为合格品。有一项指标不符合标准要求时,应重新取样进行复验,复验结果中有一项不符合标准要求即判定为整批不合格。

6 标志、标签、包装、运输、贮存

6.1 标志、标签

产品标志、标签按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

包装材料应采用内衬塑料薄膜的包装袋,缝口牢固无产品漏出。

6.3 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、防霉防潮;轻装轻卸。

6.4 贮存

贮存仓库应清洁、干燥、阴凉通风,堆放时应离开墙壁 20 cm 以上,底面应有垫板与地面隔开。防止受潮、霉变、虫害、鼠害及有毒有害物质的污染。

在上述运输、贮存条件下,自生产之日起常温下保质期为 12 个月。启封后应尽快使用。