



中华人民共和国国家标准

GB 7301—2017
代替 GB/T 7301—2002

饲料添加剂 烟酰胺

Feed additive—Nicotinamide

2017-10-14 发布

2018-05-01 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

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7301—2002《饲料添加剂 烟酰胺》。

本标准与 GB/T 7301—2002 相比,主要技术内容差异如下:

——修订了“含量”的测定方法;

——修订了“重金属”的检测方法;

——增加了“总砷”的限量要求和检测方法;

——将“水分”的测定方法由卡尔费休氏法改为干燥失重测定法,指标修订为 $\leq 0.5\%$ 。

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:上海市兽药饲料检测所、中国饲料工业协会、广州龙沙有限公司、浙江医药股份有限公司。

本标准主要起草人:曹莹、沙玉圣、王蓓、华贤辉、郭自爱、谭永洪、陈泉、梅娜、潘娟、陆淳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7301—1987、GB/T 7301—2002。



饲料添加剂 烟酰胺

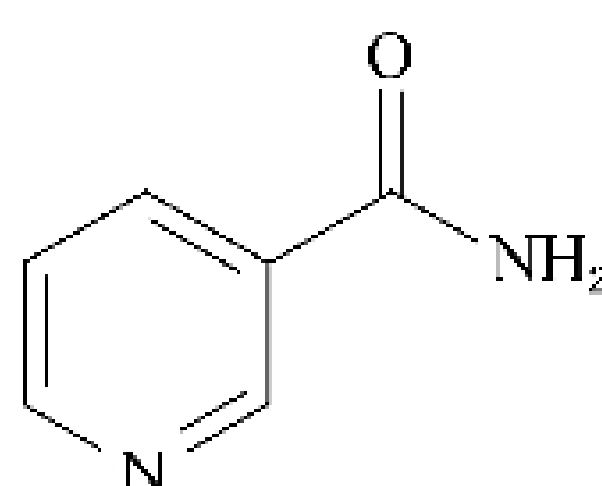
1 范围

本标准规定了饲料添加剂烟酰胺产品的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以化学合成法制得的饲料添加剂烟酰胺。

化学名称：3-吡啶甲酰胺

结构式：



分子式： $C_6H_6N_2O$

相对分子质量：122.13(以 $C_6H_6N_2O$ 计，按 2007 年国际相对原子质量计算)

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/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB 10648 饲料标签

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

本品为白色结晶性粉末或白色颗粒状粉末；无臭或几乎无臭，味苦。

3.2 技术指标

应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
烟酰胺含量(以 C ₆ H ₆ N ₂ O 计)/%	≥99.0
熔点/℃	128.0~131.0
pH(10%溶液)	5.5~7.5
干燥失重/%	≤0.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤20
总砷(As)/(mg/kg)	≤2
灼烧残渣/%	≤0.10

4 试验方法

本标准的检验方法所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、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 仪器设备

- 4.1.1 熔点测定仪。
- 4.1.2 紫外-可见分光光度计。
- 4.1.3 红外分光光度仪。
- 4.1.4 电位滴定仪。

4.2 感官检验

取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其味。

4.3 鉴别

4.3.1 试剂与溶液

- 4.3.1.1 硫酸。
- 4.3.1.2 氢氧化钠。
- 4.3.1.3 五水硫酸铜。
- 4.3.1.4 酚酞。
- 4.3.1.5 硫酸溶液:取硫酸(4.3.1.1)57 mL,缓慢注入 300 mL 水中,冷却后加水至 1 000 mL,摇匀。
- 4.3.1.6 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠(4.3.1.2)4.3 g,加水使溶解成 100 mL,摇匀。
- 4.3.1.7 硫酸铜溶液:取五水硫酸铜(4.3.1.3)12.5 g,加水使成 100 mL,摇匀。
- 4.3.1.8 酚酞指示液:按照 GB/T 603 制备。

4.3.2 鉴别试验

4.3.2.1 取试样约 0.1 g,加水 5 mL 溶解后,加氢氧化钠溶液(4.3.1.6)5 mL,缓缓煮沸,即发生氨味。继续加热至氨臭完全除去,冷却至室温,加酚酞指示液(4.3.1.8)1 滴~2 滴,用硫酸溶液(4.3.1.5)中和,

加硫酸铜溶液(4.3.1.7)2 mL,即缓缓析出淡蓝色的沉淀,过滤,取沉淀,灼烧,即发生吡啶的气味。

4.3.2.2 取试样 0.01 g 于 500 mL 容量瓶中,加水定容,制成每 1 mL 中含 20 μg 试样的溶液,按照紫外分光光度法测定,在 262 nm 的波长处有最大吸收,在 245 nm 的波长处有最小吸收,245 nm 波长处的吸收度与 262 nm 波长处的吸收度的比值应为 0.63~0.67。

4.3.2.3 按照红外分光光度法测定,试样的红外光吸收图谱应与对照的图谱应一致(对照图谱参见附录 A)。

4.4 烟酰胺含量

4.4.1 试剂与溶液

4.4.1.1 冰乙酸。

4.4.1.2 乙酸酐。

4.4.1.3 高氯酸。

4.4.1.4 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

4.4.2 原理

以冰乙酸为溶剂,采用电位滴定法以高氯酸标准滴定溶液滴定本品结构中的氨基。

4.4.3 分析步骤

称取试样 0.1 g(准确至 0.1 mg),加冰乙酸(4.4.1.1)20 mL 溶解后,加乙酸酐(4.4.1.2)5 mL,按照电位滴定法,用高氯酸标准滴定溶液(4.4.1.4)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。

4.4.4 结果计算与表示

4.4.4.1 结果计算

烟酰胺含量 X_1 (以质量分数表示,数值以%计)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 122.1}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

122.1 ——烟酰胺的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试样质量,单位为克(g)。

4.4.4.2 结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.4.5 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.5 熔点

取干燥至恒重的试样适量,按照熔点测定法或熔点仪操作方法测定。

4.6 pH

称取试样约 5.0 g(准确至 0.01 g),置于 50 mL 容量瓶中,加水溶解并定容至刻度,按照 GB/T 9724 测定。

4.7 干燥失重

4.7.1 测定

称取试样约 2 g(准确至 0.1 mg),置于在 105 °C 干燥恒重的称量瓶中,于 60 °C 干燥箱中预烘 1 h 后,将干燥箱温度升至 105 °C,干燥至恒重。

4.7.2 结果计算与表示

4.7.2.1 结果计算

干燥失重 X_2 (以质量分数表示,数值以 % 计)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——称量皿质量,单位为克(g);

m_2 ——试样质量,单位为克(g);

m_3 ——称量皿加试样恒重后质量,单位为克(g)。

4.7.2.2 结果表示

取平行测定的算术平均值为测定结果。结果表示至小数点后一位。

4.7.3 重复性

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.8 重金属

4.8.1 试剂与溶液

4.8.1.1 硫酸。

4.8.1.2 硝酸。

4.8.1.3 盐酸。

4.8.1.4 氨水。

4.8.1.5 氢氧化钠。

4.8.1.6 硫代乙酰胺。

4.8.1.7 甘油。

4.8.1.8 乙酸铵。

4.8.1.9 酚酞。

4.8.1.10 硝酸铅。

4.8.1.11 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠(4.8.1.5)4 g,加水溶解使成 100 mL,摇匀。

4.8.1.12 氨水溶液(10%):取氨水(4.8.1.4),按 GB/T 603 制备。

4.8.1.13 盐酸溶液 I:取盐酸(4.8.1.3)63 mL,加水适量使成 100 mL,摇匀。

4.8.1.14 盐酸溶液Ⅱ：取盐酸(4.8.1.3)18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.8.1.15 硫代乙酰胺溶液：取硫代乙酰胺(4.8.1.6)4 g，加水使溶解成 100 mL，置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 及混合液[由氢氧化钠溶液(4.8.1.11)15 mL、水 5.0 mL 及甘油(4.8.1.7)20 mL 组成]5.0 mL，置水浴上加热 20 s，混匀，冷却，立即使用。

4.8.1.16 乙酸盐缓冲液(pH3.5)：取乙酸铵(4.8.1.8)25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液Ⅰ(4.8.1.13)38 mL，用盐酸溶液Ⅱ(4.8.1.14)或氨水溶液(4.8.1.12)准确调节 pH 至 3.5(电位计指示)，用水稀释至 100 mL，摇匀。

4.8.1.17 酚酞指示液：按照 GB/T 603 制备。

4.8.1.18 铅标准贮备液：取硝酸铅(4.8.1.10)0.160 g，置 1 000 mL 量瓶中，加硝酸(4.8.1.2)5 mL 与水 50 mL 溶解，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。(每 1 mL 相当于 100 μ g 的 Pb)

4.8.1.19 铅标准工作液：量取铅标准贮备液(4.8.1.18)10.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。(每 1 mL 相当于 10 μ g 的 Pb)

4.8.2 测定与结果判定

4.8.2.1 试样溶液制备

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸(4.8.1.1)0.5 mL～1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 550 $^{\circ}$ C 炽灼使完全灰化，放冷，加硝酸(4.8.1.2)0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸(4.8.1.3)2.0 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加氨水溶液(4.8.1.12)至对酚酞指示液(4.8.1.17)显微红色，再加乙酸盐缓冲液(4.8.1.16)2.0 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管，加水稀释成 25 mL，作为乙管。

4.8.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂，置瓷坩埚中蒸干后，加乙酸盐缓冲液(4.8.1.16)2.0 mL 与水 15 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加铅标准工作液(4.8.1.19)2.00 mL，再用水稀释成 25 mL，作为甲管。

4.8.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.8.1.15)各 2.0 mL，摇匀，放置 2 min，同置白纸上，自上向下透视，观察比较甲管与乙管的颜色，如乙管所显颜色未深于甲管，则判定为符合规定。

4.9 总砷

4.9.1 试剂与溶液

4.9.1.1 盐酸。

4.9.1.2 乙酸。

4.9.1.3 硫酸。

4.9.1.4 氢氧化钠。

4.9.1.5 氧化镁。

4.9.1.6 硝酸镁。

4.9.1.7 碘化钾。

4.9.1.8 氯化亚锡。

4.9.1.9 酚酞。

4.9.1.10 乙酸铅。

4.9.1.11 脱脂棉。

4.9.1.12 无砷锌粒：以能通过 1 号筛的无砷锌为宜，如使用锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间延长至 1 h。

4.9.1.13 三氧化二砷。

4.9.1.14 盐酸溶液：取盐酸(4.9.1.1)18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.9.1.15 稀硫酸：取硫酸(4.9.1.3)105 mL，缓慢加入 200 mL 水中，冷却后加水至 1 000 mL，摇匀。

4.9.1.16 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠(4.9.1.4)20 g，加水溶解并稀释至 100 mL，摇匀。

4.9.1.17 硝酸镁溶液：取硝酸镁(4.9.1.6)15 g，加水溶解使成 100 mL，摇匀。

4.9.1.18 碘化钾溶液：取碘化钾(4.9.1.7)16.5 g，加水溶解使成 100 mL。本液应临用新配。

4.9.1.19 酸性氯化亚锡溶液：取氯化亚锡(4.9.1.8)20 g，加盐酸(4.9.1.1)使溶解成 50 mL，滤过，摇匀。本液使用期限为 3 个月。

4.9.1.20 乙酸铅溶液：取乙酸铅(4.9.1.10)10 g，加新沸过的冷水溶解，滴加乙酸(4.9.1.2)使溶液澄清，加新沸过的冷水至 100 mL，摇匀。

4.9.1.21 酚酞指示液：按照 GB/T 603 制备。

4.9.1.22 砷标准贮备液：称取 105 °C 干燥至恒重的三氧化二砷(4.9.1.13)0.132 g(准确至 0.1 mg)，置 1 000 mL 量瓶中，加氢氧化钠溶液(4.9.1.16)5 mL 溶解，用适量稀硫酸(4.9.1.15)中和，再加稀硫酸(4.9.1.15)10 mL，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。(每 1 mL 相当于 100 μg 的 As)

4.9.1.23 砷标准工作液：量取砷标准贮备液(4.9.1.22)1.00 mL，置 100 mL 量瓶中，加稀硫酸(4.9.1.15)10 mL，用水稀释至刻度，摇匀。(每 1 mL 相当于 1 μg 的 As)

4.9.1.24 溴化汞试纸：按照 GB/T 603 制备，置棕色磨口瓶中保存。

4.9.1.25 乙酸铅棉花：取脱脂棉(4.9.1.11)，浸入乙酸铅溶液(4.9.1.20)与水的等体积混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100 °C 以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.9.2 测定与结果判定

4.9.2.1 试样砷斑的制备

取试样 1.0 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中，加硝酸镁溶液(4.9.1.17)10 mL 和氧化镁(4.9.1.5)1 g，混匀，浸泡 4 h，于低温或水浴上蒸干，用小火缓缓炽灼至完全炭化，放冷，在 550 °C 炽灼使完全灰化，加适量水湿润灰分，加酚酞指示液(4.9.1.21)1 滴，如显红色，滴加盐酸溶液(4.9.1.14)至红色褪去，再加盐酸(4.9.1.1)5 mL 与水 21 mL，移入锥形瓶中，加碘化钾溶液(4.9.1.18)5 mL 与酸性氯化亚锡溶液(4.9.1.19)5 滴，在室温放置 10 min 后，加无砷锌粒(4.9.1.12)2 g，立即将顶端平面放有溴化汞试纸(4.9.1.24)和装有乙酸铅棉花(4.9.1.25)的导气管密塞置于锥形瓶上，并将锥形瓶置于 25 °C ~ 40 °C 水浴中，反应 45 min，取出溴化汞试纸，即得。

4.9.2.2 标准砷斑的制备

另取制备试样砷斑的试剂，置瓷坩埚中与试样同法处理后，加盐酸(4.9.1.1)5 mL 与水 21 mL，置锥形瓶中，再精密量取砷标准工作液(4.9.1.23)2.00 mL，照“试样砷斑的制备”(4.9.2.1)项下自“加碘化钾溶液”起同法操作。

4.9.2.3 结果判定

取出溴化汞试纸，肉眼比较砷斑颜色，如试样砷斑颜色未深于标准砷斑颜色，判定为符合规定。

4.10 灼烧残渣

4.10.1 试剂与溶液

硫酸。

4.10.2 测定

称取试样 1 g(准确至 0.1 mg),置于已在 700 ℃~800 ℃灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓慢加热至完全炭化,冷却至室温后,加硫酸(4.9.1.3)0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入高温炉中,在 700 ℃~800 ℃灼烧至恒重。

4.10.3 结果计算与表示

4.10.3.1 结果计算

灼烧残渣 X_3 (以质量分数表示,数值以%计)按式(3)计算:


$$X_3 = \frac{m_6 - m_4}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_4 ——坩埚质量,单位为克(g);
- m_5 ——试样质量,单位为克(g);
- m_6 ——坩埚加残渣的质量,单位为克(g)。

4.10.3.2 结果表示

计算结果表示至小数点后二位。

5 检验规则

5.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一批。

5.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

5.3 出厂检验

表 1 所列项目中,烟酰胺含量、熔点、pH、干燥失重、炽灼残渣为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第 3 章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:

- a) 产品定型时;
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产三个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

按 GB 10648 执行。

6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

6.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质共运。

6.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混贮。

7 保质期



在规定的运输、贮存条件下，保质期为 36 个月。

附 录 A
(资料性附录)
烟酰胺红外光谱图

烟酰胺红外光谱图见图 A.1。

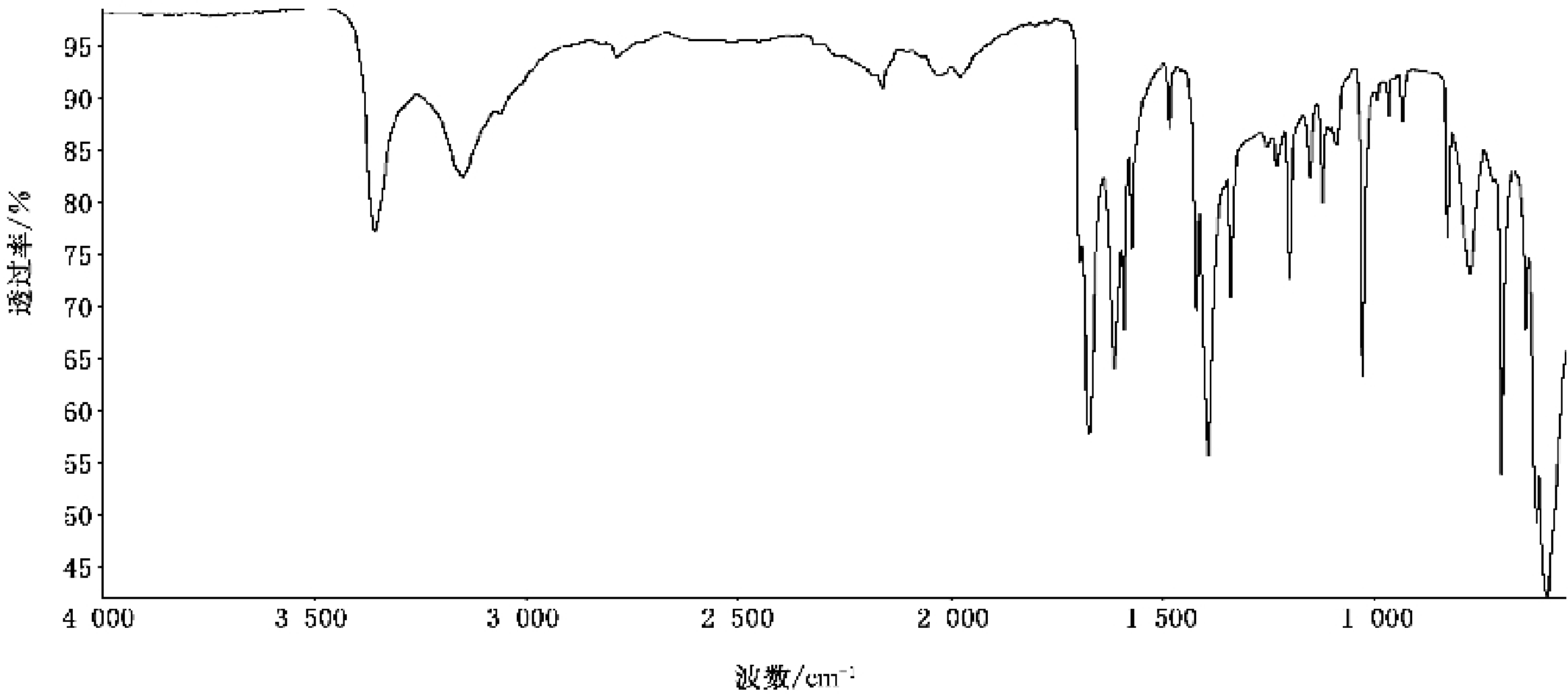


图 A.1 烟酰胺红外光谱图