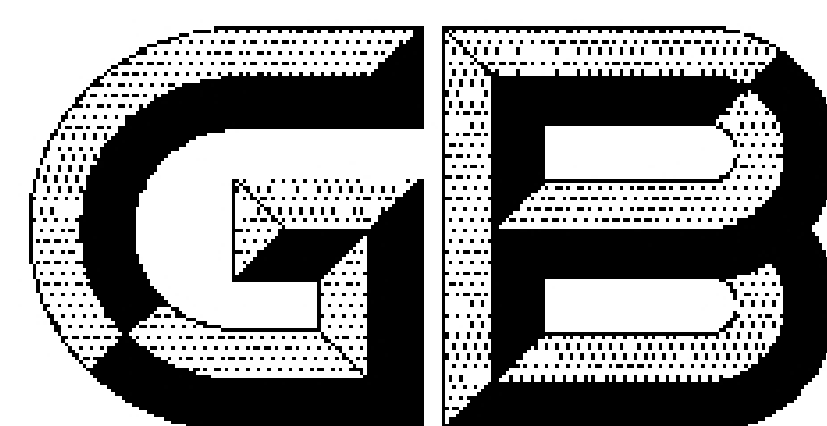




中华人民共和国国家标准

GB 7300.204—2019

饲料添加剂 第2部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐

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

2019-12-17 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本部分的第 1 章、第 4 章、第 5 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 204 部分。
本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。
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:宜兴市天石饲料有限公司、农业农村部饲料质量监督检验测试中心(济南)。
本部分主要起草人:邹三元、邹益东、张芸、陈仲芬。



饲料添加剂
第 2 部分：维生素及类维生素
甜菜碱盐酸盐

1 范围



GB 7300 的本部分规定了饲料添加剂甜菜碱盐酸盐的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本部分适用于以三甲胺与氯乙酸、碳酸钠或氢氧化钠反应合成甜菜碱水溶液，经浓缩、除盐、盐酸酸化结晶、干燥等工序制成的饲料添加剂甜菜碱盐酸盐。

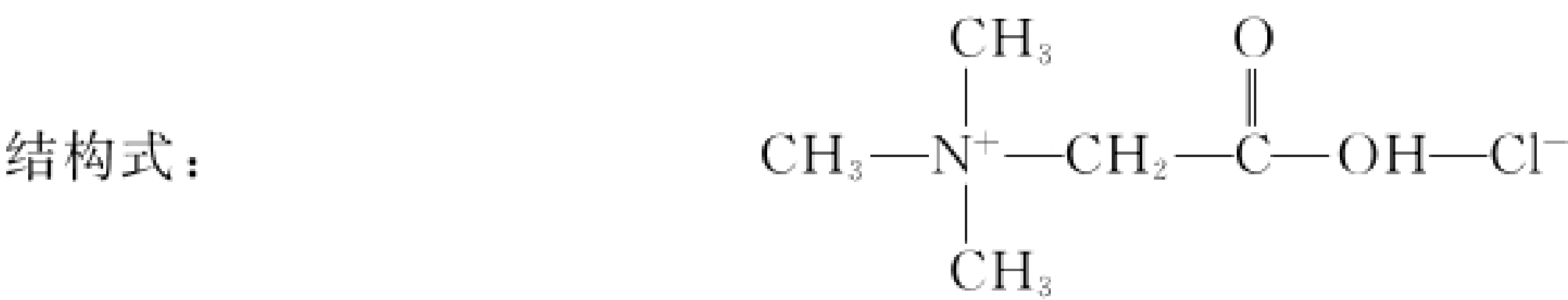
2 规范性引用文件

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 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- 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、结构式

化学名称：甜菜碱盐酸盐
分子式： $C_5H_{12}NO_2 \cdot Cl$
相对分子质量：153.61（按 2016 年国际相对原子质量）



4 技术要求

4.1 外观与性状

本品为白色结晶型粉末，具有吸湿性。

4.2 鉴别

甜菜碱及盐酸盐鉴别试验结果应分别呈正反应。

4.3 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项目	指标
甜菜碱盐酸盐含量 (C ₅ H ₁₂ NO ₂ · Cl,以干基计)/%	≥ 98.0
干燥失重/%	≤ 0.5
灼烧残渣/%	≤ 1.0
游离胺/氨[以(CH ₃) ₃ N 计]/(mg/kg)	≤ 300
pH 值	0.8~1.2
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2

5 试验方法

本部分的检验方法,除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定,色谱用水符合 GB/T 6682 一级水的规定。所有滴定分析用标准溶液、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 的规定配制。

5.1 感官检验

将适量样品放置在烧杯内,在非直射日光、光线充足的环境中,用目测的方法观察。

5.2 鉴别试验

5.2.1 试剂或材料

- 5.2.1.1 硝酸铋溶液:称取 0.85 g 碱式硝酸铋溶于 10 mL 乙酸中,加 40 mL 水,混匀。
- 5.2.1.2 碘化钾溶液:称取 8 g 碘化钾溶于 20 mL 的水中。
- 5.2.1.3 盐酸溶液:1+4。
- 5.2.1.4 碘化铋钾溶液:将硝酸铋溶液(5.2.1.1)与碘化钾溶液(5.2.1.2)等体积混合,棕色玻璃试剂瓶贮存。
- 5.2.1.5 碘化铋钾盐酸溶液:取碘化铋钾溶液(5.2.1.4)1 mL,加盐酸溶液(5.2.1.3)2 mL,加水至 10 mL,混匀,现用现配。
- 5.2.1.6 硝酸银溶液:17 g/L。
- 5.2.1.7 硝酸溶液:1+9。
- 5.2.1.8 氨水溶液:4+10。

5.2.2 鉴别

5.2.2.1 甜菜碱的鉴别：称取试样 0.5 g，加 1 mL 水溶解，加入 2 mL 碘化铋钾盐酸溶液(5.2.1.5)。振荡，产生橙红色沉淀。

5.2.2.2 盐酸盐的鉴别：取适量试样，加水溶解，加硝酸溶液(5.2.1.7)使成酸性后，加入硝酸银溶液(5.2.1.6)，生成白色絮状沉淀。将沉淀分离，注入氨水溶液(5.2.1.8)，沉淀溶解；再加入硝酸，生成白色絮状沉淀。

5.3 甜菜碱盐酸盐含量的测定

5.3.1 原理

用水溶解试样，将溶液稀释至合适的浓度，用离子色谱仪分离测定，外标法定量。

5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 甜菜碱标准品：甜菜碱的质量分数 $\geq 99\%$ 。

5.3.2.2 甲烷磺酸溶液：准确移取 2 mL 甲烷磺酸于 100 mL 容量瓶中，用一级水定容摇匀。浓度为 300 mmol/L。

5.3.2.3 流动相：准确移取 10 mL 甲烷磺酸溶液(5.3.2.2)于 1 000 mL 容量瓶中，用一级水定容摇匀。浓度为 3.0 mmol/L。超声脱气 5 min~10 min。临用现配。

5.3.2.4 甜菜碱标准贮备溶液：称取于 105 °C $\pm$ 2 °C 烘干 4 h 的甜菜碱标准品 0.10 g(精确至 0.000 1 g)，于 100 mL 容量瓶中，用一级水定容，摇匀。该溶液的浓度为 1 000 μ g/mL。4 °C 条件下储存有效期 15 d。

5.3.2.5 微孔滤膜：0.45 μ m。

5.3.3 仪器设备



5.3.3.1 离子色谱仪：具有阳离子交换分离柱和非抑制型电导检测器。

5.3.3.2 超声波振荡器。

5.3.3.3 分析天平：感量 0.1 mg。

5.3.3.4 电热干燥箱：温度可控制为 105 °C $\pm$ 2 °C。

5.3.4 试验步骤

5.3.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取预先在 105 °C 烘箱干燥 3 h 的试样 0.25 g，精确至 0.000 1 g，置于 100 mL 容量瓶中，加入约 70 mL 的一级水，超声 5 min，待试样溶解后定容。移取该溶液 5 mL 于 100 mL 容量瓶中，用一级水定容，混匀，过 0.45 μ m 膜，待测。

5.3.4.2 甜菜碱标准工作溶液的制备

准确吸取甜菜碱标准贮备溶液(5.3.2.4) 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，用一级水定容后摇匀，此标准系列的浓度为 10.0 μ g/mL、50.0 μ g/mL、100.0 μ g/mL、200.0 μ g/mL、500.0 μ g/mL。临用现配。

5.3.4.3 测定

5.3.4.3.1 离子色谱参考条件

色谱柱：阳离子交换柱，内径 4 mm、柱长 150 mm、粒径 4 μm 或相当性能分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 ℃。

检测器：非抑制型电导检测器。

进样量：25 μL。

5.3.4.3.2 标准曲线的绘制

待仪器稳定后，将上述系列标准溶液(5.3.4.2)从低浓度到高浓度分别注入离子色谱仪，以甜菜碱的质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制工作曲线，并计算回归方程。甜菜碱色谱图参见附录 A。

5.3.4.3.3 试样溶液测定

取试样溶液(5.3.4.1)注入离子色谱仪，以峰面积定量。

5.3.4.4 试验数据处理

试样中甜菜碱盐酸盐的含量 w_1 ，以质量分数(%)表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{\rho V_1 \times 20 \times 1.31}{m_1 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——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(μg/mL)；

V_1 ——定容体积，单位为毫升(mL)；

20 ——试样溶液的稀释倍数；

1.31 ——甜菜碱与甜菜碱盐酸盐的换算系数；

m_1 ——试样的质量，单位为克(g)；

1 000 ——微克至毫克的换算系数；

1 000 ——毫克至克的换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

5.3.4.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果与其算术平均值的差值，不大于该算术平均值的 3%。

5.4 干燥失重

按 GB/T 6435 的规定执行。

5.5 灼烧残渣

按 GB/T 6438 的规定执行。

5.6 游离胺/氨[以(CH₃)₃N计]

5.6.1 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,计算游离胺/氨的含量。

5.6.2 试剂或材料

- 5.6.2.1 硫酸溶液:1+8。
- 5.6.2.2 氢氧化钠溶液:400 g/L。
- 5.6.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02\text{ mol/L}$ 。
- 5.6.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.02\text{ mol/L}$ 。
- 5.6.2.5 甲基红-亚甲基蓝乙醇混合指示液。

5.6.3 仪器设备

- 5.6.3.1 常量凯氏蒸馏装置。
- 5.6.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.6.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 10 g 试样(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 50 mL 盐酸标准滴定溶液(5.6.2.4),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。

加入 20 mL 氢氧化钠溶液(5.6.2.2)于柱形滴液漏斗中,开启漏斗活塞,使氢氧化钠溶液流入圆底烧瓶中,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(5.6.2.1),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(5.6.2.3)滴定至灰绿色为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

5.6.5 试验数据处理

试样中游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]的含量 w_2 ,数值以 mg/kg 表示,按式(2)计算:



$$w_2 = \frac{c_1(V_3 - V_2)M}{m_2} \times 1\,000 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_3 ——空白消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试样消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——三甲胺的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=59.1$);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- 1 000 ——克至千克的换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.6.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果与其算术平均值的差值,不大于该算术平均值的 5%。

5.7 pH 值

5.7.1 仪器

酸度计(pH 计)。

5.7.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 5 g(精确至 0.02 g),加 20 mL 水溶解,用酸度计测定溶液 pH 值。

5.7.3 精密度

同一试样两次测定结果的绝对差值不超过 0.02。

5.8 重金属(以 Pb 计)

5.8.1 原理

重金属离子与负二价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。

5.8.2 试剂或材料

5.8.2.1 硝酸。

5.8.2.2 甘油。

5.8.2.3 硫代乙酰胺。

5.8.2.4 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$ 。

5.8.2.5 硫代乙酰胺试液:称取硫代乙酰胺 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(5.8.2.4)15 mL、水 5.0 mL 及甘油(5.8.2.2)20 mL 组成]5.0 mL,置于水浴上加热 20 s,冷却,立即使用。

5.8.2.6 铅标准储备液:称取硝酸铅 0.160 g,置于 1 000 mL 的容量瓶中,加硝酸 5 mL 与水 50 mL 溶解后,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液质量浓度为 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。密封后 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。

5.8.2.7 铅标准工作液:准确移取 10 mL 铅标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液质量浓度为 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。临用现配。

5.8.3 测定步骤

平行做两份试验。称取试样 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$,加 10 mL 水溶解。将试液过滤并移至纳氏比色管中,加水稀释至 25 mL,再加入硫代乙酰胺试液 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液。标准比色溶液是移取 1.00 mL 铅标准溶液,与试样同时同样处理。

5.9 总砷的测定(以 As 计)

平行做两份试验。称取试样 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$,加 10 mL 水溶解,为待测液,按 GB/T 13079—2006 中银盐法的规定执行。

6 检验规则

6.1 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同一规格的产品为一批,但每批产品不得超过 60 t。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

6.3 出厂检验

每批产品应进行出厂检验。检验项目为外观与性状、甜菜碱盐酸盐含量、干燥失重、灼烧残渣、游离胺/氨、pH 值。

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,每半年至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 产品定型投产时;
- b) 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;
- c) 停产 3 个月或以上,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;
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

6.5.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

6.5.2 检验结果中有任何指标不符合本部分规定时,可自同批产品中重新加倍取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本部分规定,即判定该批产品不合格。

6.5.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中全数值比较法执行。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

7.2 包装

内袋采用聚乙烯材质塑料袋,外包装采用塑料编织袋,双层密封。

7.3 运输

运输中应保证运输工具的清洁;防止包装破损、日晒、雨淋;不得与有毒有害物质混运。

7.4 贮存

贮存仓库应清洁、干燥、通风、避免阳光直射,堆放时应离地离墙,底面应有垫板与地面隔开。防止受潮、霉变、虫、鼠及有毒有害物质的污染。

7.5 保质期

未开启包装的产品,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。

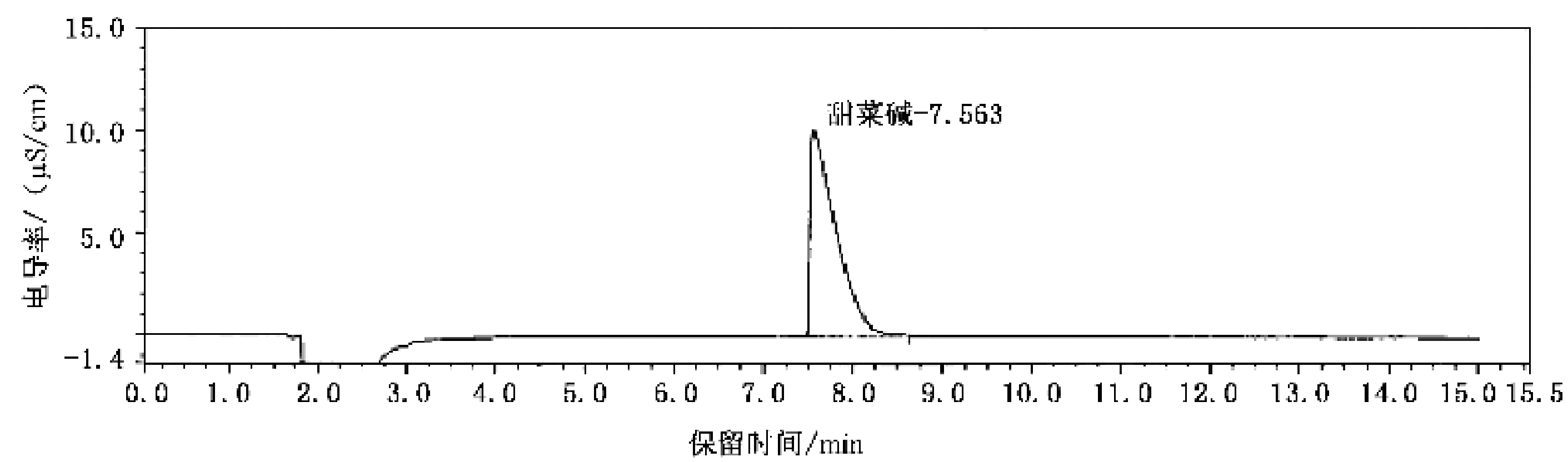


图 A.1 甜菜碱标准溶液(质量浓度为 500.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 色谱图

