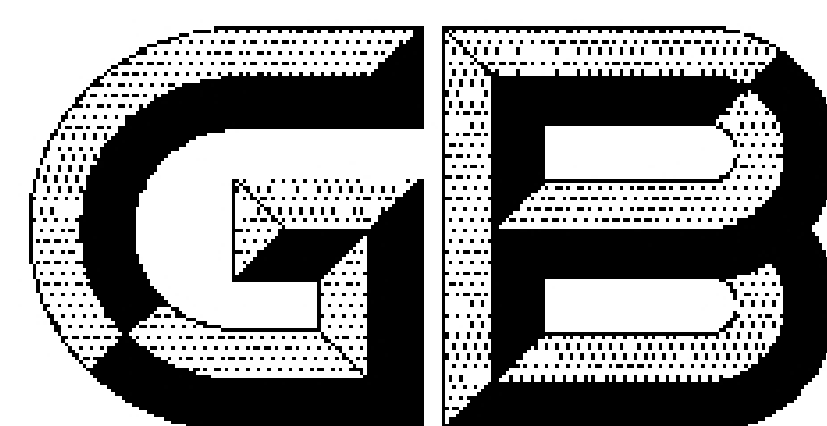




中华人民共和国国家标准

GB 7295—2018
代替 GB/T 7295—2008

饲料添加剂 盐酸硫胺(维生素 B₁)

Feed additive—Thiamine hydrochloride(Vitamin B₁)

2018-12-28 发布

2020-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第1章、第4章和第6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 7295—2008《饲料添加剂 维生素 B₁ (盐酸硫胺)》,与 GB/T 7295—2008 相比主要技术变化如下:

- 增加技术指标“重金属(以 Pb 计), ≤ 10 mg/kg”(见 4.2);
- 增加技术指标“总砷(以 As 计), ≤ 2.0 mg/kg”(见 4.2);
- 盐酸硫胺含量测定硅钨酸沉淀法为仲裁法,增加高氯酸非水滴定法(见 5.3)。

本标准由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本标准主要起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:刘小敏、刘玉亭、王峻、谢胜伦、王思思、黄婷、陈大为、黄昌郡。

本标准所代替标准历次版本发布情况为:

- GB 7295—1987、GB/T 7295—2008。

饲料添加剂 盐酸硫胺(维生素 B₁)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂盐酸硫胺(维生素 B₁)的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存及保质期。

本标准适用于氨基丙腈为原料经化学合成制得的饲料添加剂盐酸硫胺(维生素 B₁)。

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实验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

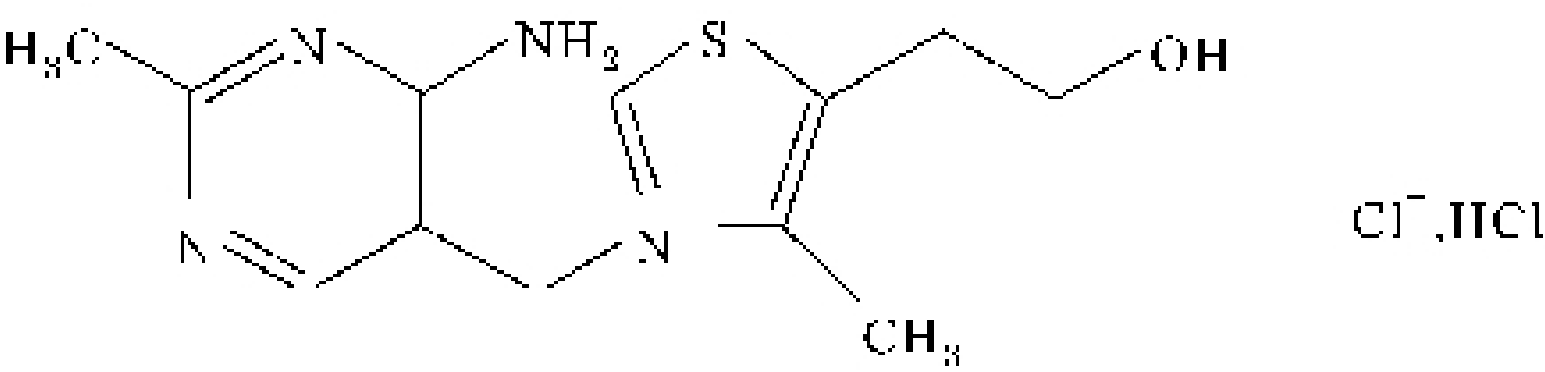
3 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称:氯化 4-甲基-3-[(2-甲基-4-氨基-5-嘧啶基)甲基]-5-(2-羟基乙基)-噻唑 鎓盐酸盐

分子式:C₁₂H₁₇ClN₄OS·HCl

相对分子质量:337.27(按 2016 年国际相对原子质量)

结构式:



4 要求

4.1 外观和性状

本品为白色结晶或结晶性粉末,微有特臭,味苦。易溶于水,微溶于乙醇,不溶于乙醚。

4.2 技术指标

盐酸硫胺(维生素 B₁)技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
盐酸硫胺(以 $C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$ 干基计)/%	98.5~101.0
干燥失重/% $\leq$	5.0
炽灼残渣/% $\leq$	0.1
酸度	2.7~3.4
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)/% $\leq$	0.03
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) $\leq$	10.0
总砷(以 As 计)/(mg/kg) $\leq$	2.0
溶液色泽	不得比 0.012 g/L 重铬酸钾溶液更深

5 试验方法

除特殊说明外,所有使用的试剂均为分析纯和符合 GB/T 6682 中规定的三级水,试剂和溶液的制备应符合 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

5.1 外观检验

取 10 g~20 g 样品,置于 25 cm×30 cm 的洁净白瓷盘内,在正常光照、通风良好、无异味的环境下,通过感官进行评定。

5.2 鉴别试验

5.2.1 试剂或材料

- 5.2.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。
- 5.2.1.2 铁氰化钾溶液:100 g/L。现配现用。
- 5.2.1.3 正丁醇。
- 5.2.1.4 二氧化锰。
- 5.2.1.5 硫酸。
- 5.2.1.6 碘化钾。
- 5.2.1.7 淀粉指示剂:称取可溶性淀粉 0.5 g,加水 5 mL 搅匀后缓慢倒入 100 mL 沸水中,同时搅拌。继续煮沸 2 min,放冷,取上清液,即得。现配现用。
- 5.2.1.8 碘化钾淀粉试纸:取滤纸条浸入含有碘化钾 0.5 g 的新制的淀粉指示液 100 mL 中,润湿后,取出阴干。

5.2.2 仪器设备

- 5.2.2.1 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 5.2.2.2 红外光谱仪:扫描范围为 4 000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} ,最高分辨率 $\geq 4.0\ cm^{-1}$ 。

5.2.3 鉴别步骤

- 5.2.3.1 称取 0.005 g 试样加氢氧化钠溶液(5.2.1.1)溶解后,加铁氰化钾溶液(5.2.1.2)0.5 mL,正丁醇

5 mL,强力振摇 2 min,静置分层,上层显强烈的蓝色荧光,加酸成酸性,荧光消失,再加碱使成碱性,荧光又显出。

5.2.3.2 氯化物的鉴别反应:称取 0.5 g 试样置于干燥试管中,加二氧化锰 0.5 g,混匀,加硫酸湿润,缓慢加热,即产生氯气,能使湿润的碘化钾淀粉试纸显蓝色。

5.2.3.3 按照红外分光光度法测定,试样的红外吸收图谱应与对照的图谱一致(对照图谱参见附录 A)。

5.3 盐酸硫胺含量的测定

5.3.1 硅钨酸沉淀法(仲裁法)



5.3.1.1 试剂或材料

5.3.1.1.1 盐酸。

5.3.1.1.2 硅钨酸溶液:100 g /L。

5.3.1.1.3 盐酸溶液:取盐酸(5.3.1.1.1)5 mL 加水稀释至 100 mL。

5.3.1.1.4 丙酮。

5.3.1.2 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3.1.3 试验步骤

称取在 105 °C 干燥至恒重的试样 0.1 g,精确到 0.000 2 g。加水 50 mL 溶解后,加盐酸(5.3.1.1.1) 2 mL 煮沸,立即滴加硅钨酸溶液(5.3.1.1.2)4 mL,继续煮沸 2 min,用 80 °C 干燥至恒重的 4# 垂熔坩埚过滤,沉淀先用煮沸的盐酸溶液(5.3.1.1.3)20 mL 分次洗涤,再用水 10 mL 洗涤 1 次,最后用丙酮(5.3.1.1.4)洗涤 2 次,每次 5 mL,沉淀物在 80 °C 干燥至恒重。

5.3.1.4 试验数据处理

盐酸硫胺含量 w_1 以质量分数表示,数值以 % 计。按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.193\ 9}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——干燥恒重后沉淀质量,单位为克(g);
- 0.193 9 ——盐酸硫胺硅钨酸盐换算成盐酸硫胺系数;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.3.1.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

5.3.2 非水溶液滴定法

5.3.2.1 原理

盐酸硫胺(维生素 B₁)分子中含有碱性的伯胺和季铵基团,在非水溶液中(在乙酸汞存在下)与高氯酸反应,根据消耗高氯酸标准溶液体积计算盐酸硫胺的含量。

5.3.2.2 试剂或材料

5.3.2.2.1 冰乙酸。

5.3.2.2.2 乙酸汞溶液:50 g/L 冰乙酸溶液。

5.3.2.2.3 喹哪啶红-亚甲蓝混合指示液:0.3 g 喹哪啶红,0.1 g 亚甲蓝,加甲醇至 100 mL。

5.3.2.2.4 高氯酸标准溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.3 仪器和设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3.2.4 试验步骤

称取在 105 °C 干燥至恒重的试样 0.15 g,精确到 0.000 2 g。置于锥形瓶中,加入冰乙酸 20 mL 微热溶解,放置至室温,加 5 mL 乙酸汞溶液,2 滴喹哪啶红-亚甲蓝混合指示液,以高氯酸标准滴定溶液滴定至天蓝色,强烈振摇,30 s 不褪色为终点。并将滴定的结果用空白试验校正。

5.3.2.5 试验数据处理

盐酸硫胺含量 w_2 以质量分数表示,数值以 % 计。按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m_3 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——试样消耗高氯酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗高氯酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——盐酸硫胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2} \text{C}_{12} \text{H}_{17} \text{ClN}_4 \text{OS} \cdot \text{HCl}) = 168.6 \text{ g/mol}$];

m_3 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.3.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

5.4 溶液色泽的检查

5.4.1 试剂或材料

5.4.1.1 重铬酸钾:基准级。

5.4.1.2 重铬酸钾溶液(0.012 g/L):在感量为 0.000 1 g 的分析天平上准确称取 0.400 0 g 重铬酸钾,溶解并定容至 500 mL。在棕色瓶中保存。

5.4.2 试验步骤

称取试样 1.0 g,置于 50 mL 纳氏比色管中,加水 10 mL 溶解后与同体积的对照液(取比色用重铬酸钾溶液 0.6 mL,加水适量使成 40 mL)比较,颜色不得更深。

5.5 酸度

5.5.1 仪器设备

- 5.5.1.1 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 5.5.1.2 酸度计:测量范围 pH0~14,精度为 0.02pH 单位。

5.5.2 试验步骤

称取试样 0.50 g,精确到 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中,加水 50 mL 溶解后用酸度计测其 pH。

5.6 硫酸盐的测定

5.6.1 试剂或材料

- 5.6.1.1 盐酸溶液:1+10。
- 5.6.1.2 氯化钡溶液:250 g/L。
- 5.6.1.3 硫酸钾标准溶液: $\rho(\text{SO}_4^{2-})=0.1 \text{ g/L}$ 。

5.6.2 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.6.3 试验步骤

称取试样 1.0 g,精确到 0.000 2 g。加水溶解成 20 mL,溶液浑浊,过滤。置于 50 mL 纳氏比色管中,加水适量稀释成 25 mL,再加盐酸溶液(5.6.1.1)1 mL。加氯化钡溶液(5.6.1.2)3 mL,摇匀,放置 10 min,如发现浑浊,与硫酸钾标准溶液(5.6.1.3)3 mL 用同法制成的对照液比较,不得更浑浊。

5.7 干燥失重的测定

5.7.1 仪器设备

分析天平:感量为 0.1 mg。

5.7.2 试验步骤

称取试样 1 g,精确到 0.000 2 g。置于烘干至恒重的称样皿中,放入 105 °C±2 °C 的电热干燥箱中,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,称量。再重复干燥 1 h,称量至恒重。

5.7.3 试验数据处理

硝酸硫胺干燥失重的 w_3 以质量分数表示,数值以%计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 m_4 ——干燥前试样和称样皿质量,单位为克(g);
 m_5 ——干燥后试样和称样皿质量,单位为克(g);
 m_6 ——试样质量,单位为克(g)。

5.8 炽灼残渣的测定

5.8.1 试剂或材料

硫酸。

5.8.2 仪器设备

5.8.2.1 分析天平：感量为 0.1 mg。

5.8.2.2 马福炉。

5.8.3 试验步骤

称取样品 2 g，精确到 0.000 2 g。置于已在 750 °C ± 50 °C 灼烧至恒重的瓷坩埚中，用小火缓缓加热至完全炭化，放冷后，加硫酸 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 °C ± 50 °C 下灼烧至恒重。

5.8.4 试验数据处理

炽灼残渣 w_4 以质量分数表示，数值以 % 计，按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{m_7 - m_8}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_7 ——坩埚和残渣质量，单位为克(g)；

m_8 ——坩埚质量，单位为克(g)；

m_9 ——样品质量，单位为克(g)。

5.9 重金属的测定

5.9.1 试剂或材料

5.9.1.1 硝酸。

5.9.1.2 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.9.1.3 硫化钠溶液：100 g/L。

5.9.1.4 铅标准贮备溶液：准确称取硝酸铅 0.160 0 g，精确到 0.000 01 g。置于 1 000 mL 容量瓶中，加 5 mL 硝酸和 50 mL 水溶解后，用水稀释至刻度，摇匀为贮备液。

5.9.1.5 铅标准工作溶液：临用前，移取 10 mL ± 0.02 mL 铅标准贮备液(5.9.1.4)，置于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得(每 1 mL 相当于 10 μg 的 Pb)。

5.9.2 仪器设备

分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 mg。

5.9.3 试验步骤

准确称取 1.0 g 试样，精确到 0.000 1 g。置于纳氏比色管中，加氢氧化钠试液 5 mL 加水 20 mL 微热溶解后，作为乙管。移取 1.0 mL 铅标准溶液，置于纳氏比色管中，加氢氧化钠试液 5 mL 加水 20 mL，作为甲管。

5.9.4 试验数据处理

在甲、乙两管中分别加入加硫化钠溶液(5.9.1.3)5 滴，摇匀，放置 2 min，同置于白纸上，自上向下透

视,肉眼观察比较甲管与乙管的颜色,如乙管所显的颜色未深于甲管,则判断为重金属(以 Pb 计) ≤ 10.0 mg/kg。

5.10 总砷的测定

按 GB/T 13079 饲料中总砷的测定的规定执行。

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产品为一批,但每批产品不超过 500 kg。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为第 4 章规定的全部技术指标。

6.4 判定规则

6.4.1 所检项目检测结果均与本标准规定指标一致判定为合格产品。

6.4.2 有任何指标不符合本标准规定的要求时,可以从双倍量的包装中抽取样品进行复检,复检结果即使有一项指标不符合标准要求,则判该批产品不合格。

7 标签、包装、运输、贮存、保质期

7.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

7.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

7.3 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。

7.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混贮。

7.5 保质期

在未开启原包装产品规定的运输和贮存条件下,保质期为 12 个月。

附录 A
(资料性附录)
盐酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图

盐酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图见图 A.1。

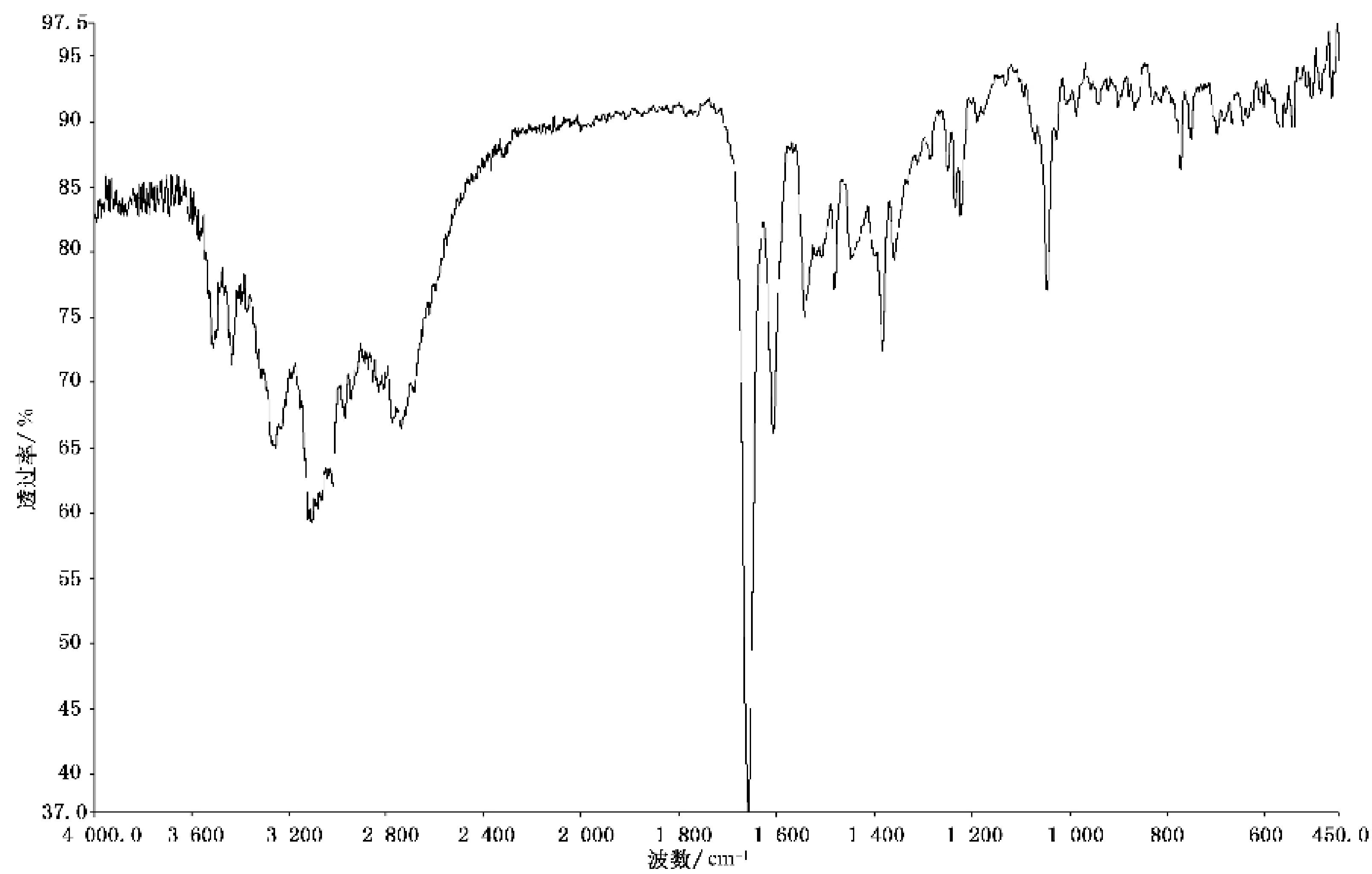


图 A.1 盐酸硫胺(维生素 B₁)红外光谱图