

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 7302—2008
代替 GB/T 7302—1987

饲料添加剂 叶酸

Feed additive—Folic acid

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准是对 GB/T 7302—1987《饲料添加剂 叶酸》的修订,自实施之日起代替 GB/T 7302—1987,与 GB/T 7302—1987相比主要变化如下:

- 增加前言、规范性引用文件部分;
- 实验方法中增加叶酸含量指标测定允许差;
- 叶酸测定方法目前通行的检测方法为高效液相法,内标法为仲裁法。

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:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:高利红、刘小敏、钱昉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 7302—1987。

饲料添加剂 叶酸

1 范围

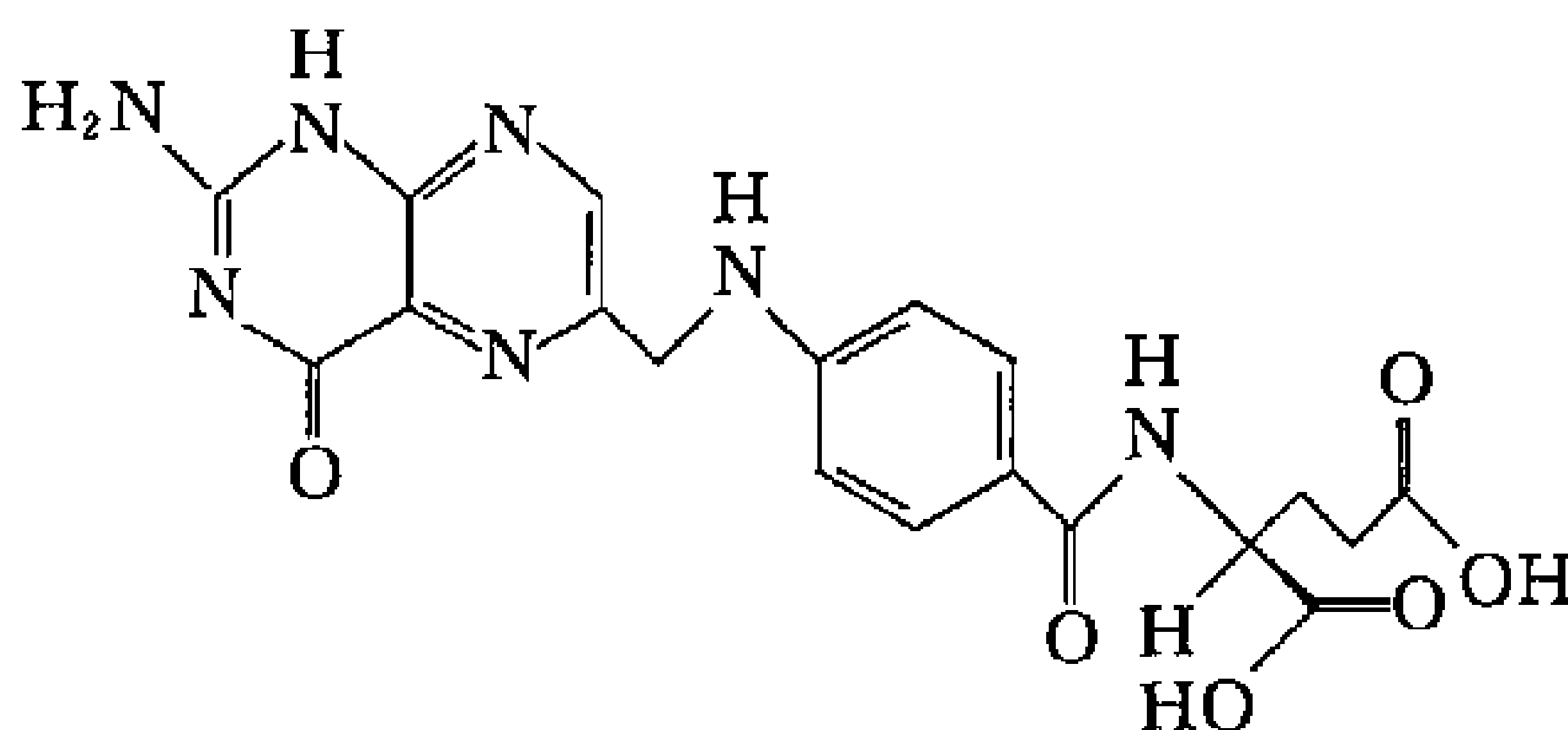
本标准规定了饲料添加剂叶酸的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存等。本标准适用于化学合成法制得的叶酸产品,在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

化学名称:*N*-[4-[(2-氨基-4-氧代-1,4-二氢-6-蝶啶)甲氨基]苯甲酰基]-*L*-谷氨酸

分子式: $C_{19}H_{19}N_7O_6$

相对分子质量:441.40(按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 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

3 要求

3.1 性状

本品为黄色或橙黄色结晶性粉末,无臭、无味。在水、乙醇、丙酮、三氯甲烷或乙醚中不溶,在氢氧化碱或碳酸盐的稀溶液中溶解。

3.2 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
叶酸含量(以 $C_{19}H_{19}N_7O_6$ 干基计)/%	95.0~102.0
干燥失重/%	≤8.5
炽灼残渣/%	≤0.5

4 试验方法

本标准所用试剂和水,除特别注明外,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的二级用水。标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 4.0 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.1.1.2 0.1 mol/L 高锰酸钾。

4.1.2 仪器设备

分光光度计。

4.1.3 鉴别方法

4.1.3.1 称取样品约 0.2 mg,加氢氧化钠溶液 10 mL,振摇使溶解,加高锰酸钾溶液 1 滴,振摇混匀后,溶液显蓝绿色,在紫外光灯下,显蓝绿色荧光。

4.1.3.2 取样后,加氢氧化钠溶液制成每 1 mL 中含 10 μg 样品的溶液,用分光光度计测定,在 256 nm \pm 1 nm、283 nm \pm 2 nm 及 365 nm \pm 4 nm 的波长处有最大吸收。吸收度 256 nm 与吸收度 365 nm 的比值应为 2.8~3.0。

4.2 叶酸含量测定

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 重蒸水:符合 GB/T 6682 中规定的一级用水。

4.2.1.2 磷酸二氢钾:优级纯。

4.2.1.3 磷酸氢二钾:优级纯。

4.2.1.4 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液:称取 0.56 g 氢氧化钾溶于 100 mL 水中。

4.2.1.5 甲醇:色谱纯。

4.2.1.6 氨水:体积分数为 0.5%。

4.2.1.7 烟酰胺内标液:取烟酰胺适量,加水溶解并稀释制成 1.0 mg/mL 的溶液。

4.2.1.8 流动相 A:称取 6.8 g 磷酸二氢钾,加入 70 mL 氢氧化钾溶液(4.2.1.4),用水稀释成约 850 mL 并调节 pH 值至 6.3 \pm 0.1,加入甲醇 80 mL,用水稀释至 1 000 mL。

4.2.1.9 流动相 B:称取 19.64 g 磷酸二氢钾和 9.68 g 磷酸氢二钾溶于水中,倒入 2 L 容量瓶中,加入 240 mL 甲醇,用水定容至刻度(pH6.4~6.7)。

4.2.1.10 标准工作液 A:取叶酸干燥对照品(纯度 \geq 98.5%)约 20 mg,置于 100 mL 容量瓶中,加入 0.5%氨溶液约 60 mL 溶解,精密加入烟酰胺内标液(4.2.1.7)20 mL,用 0.5%氨溶液稀释至刻度,摇匀。

4.2.1.11 标准工作液 B:取叶酸干燥对照品(纯度 \geq 98.5%)约 20 mg,置于 100 mL 容量瓶中,加入 1.8 mL 氢氧化钾溶液(4.2.1.4)和 10.0 mL 流动相 B(4.2.1.9)溶解,然后用流动相 B(4.2.1.9)定容至刻度。

4.2.2 仪器设备

4.2.2.1 一般实验室设备。

4.2.2.2 超声波清洗器。

4.2.2.3 液相色谱仪。

4.2.3 叶酸含量测定

4.2.3.1 内标法(仲裁法)

4.2.3.1.1 色谱条件与系统适应性试验

4.2.3.1.1.1 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂柱,叶酸与内标物质峰的分离度应大于 1.5。

4.2.3.1.1.2 取叶酸标准工作液 A,连续进样 5 次,其峰面积测量值的相对偏差应不大于 2.0%。

4.2.3.1.2 试样溶液的制备

取叶酸样品约 200 mg(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 0.5%氨溶液溶解,定容;精确移取 10.0 mL 溶液,加入烟酰胺内标液(4.2.1.7)20.0 mL,用 0.5%氨溶液稀释至刻度,摇匀。

4.2.3.1.3 测定

4.2.3.1.3.1 色谱条件

固定相:十八烷基硅烷键合硅胶填充柱,粒度 5 μm ,柱长 250 mm,内径 4 mm 不锈钢柱。

移动相:磷酸盐缓冲液(4.2.1.7)。

流速:1.0 mL/min。

温度:室温。

进样量:10 μL ~20 μL 。

检测器:紫外检测器(或二极管矩阵检测器 PDA),波长 254 nm。

4.2.3.1.3.2 定量测定

取标准溶液及试样溶液,分别连续进样 3 次~5 次按峰面积计算校正因子,并用其平均值计算试样中叶酸含量。

4.2.3.1.4 结果的计算与表述

叶酸含量 w_1 以质量分数计,数值以%表示,按式(1)、式(2)计算:

$$w_1 = f \times \frac{A_3 \times m_4}{A_4 \times m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$f = \frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

f ——叶酸质量校正因子;

A_3 ——试样溶液中叶酸的峰面积;

m_4 ——试样溶液中内标物的质量,单位为克(g);

A_4 ——试样溶液中内标物的峰面积;

m_3 ——试样溶液中叶酸的质量,单位为克(g);

A_1 ——标准溶液中内标物质峰面积;

m_2 ——标准溶液中叶酸的质量,单位为克(g);

A_2 ——标准物质中叶酸对照品峰面积;

m_1 ——标准溶液中内标物的质量,单位为克(g)。

4.2.3.1.5 重复性

本方法两次平行测定的允许绝对差 $\leq 2.0\%$ 。

4.2.3.2 外标法

4.2.3.2.1 色谱条件与系统适应性试验

取叶酸标准工作液 A,连续进样 5 次,其峰面积测量值的相对偏差应不大于 2.0%。

4.2.3.2.2 试样溶液的制备

取叶酸样品约 200 mg(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 1.8 mL 氢氧化钾溶液(4.2.1.4)和 10.0 mL 流动相 B(4.2.1.9)溶解,然后用流动相 B(4.2.1.9)定容至刻度。

精确移取 10.0 mL 溶液,用流动相 B(4.2.1.9)稀释至刻度,摇匀。

4.2.3.2.3 测定

4.2.3.2.3.1 色谱条件

色谱柱: ODS C₁₈ 柱,粒度 4 μm,150 mm×3.9 mm(内径)或性能类似的分析柱。

流动相:磷酸盐缓冲液(4.2.1.9)。

流速:0.6 mL/min。

温度:30℃。

进样量:10 μL。

检测器:紫外检测器(或二极管矩阵检测器 PDA),波长 280 nm。

4.2.3.2.3.2 定量测定

取标准溶液及试样溶液,分别连续进样 3 次~5 次按峰面积计算校正因子,并用其平均值计算试样中叶酸含量。

4.2.3.2.4 结果的计算与表述

叶酸含量 w_2 以质量分数计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{A_5 \times m_6}{A_6 \times m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A_5 ——试样溶液中叶酸的峰面积;

m_6 ——标准溶液中叶酸的质量,单位为克(g);

A_6 ——标准物质中叶酸对照品峰面积;

m_5 ——试样溶液中叶酸的质量,单位为克(g)。

4.2.3.2.5 重复性

本方法两次平行测定的允许绝对差≤2.0%。

4.3 干燥失重的测定

4.3.1 仪器设备

真空恒温干燥箱。

4.3.2 测定方法

称取样品 1 g(准确至 0.000 2 g),置于已在 100℃~105℃真空干燥至恒重的称量瓶内,打开称量瓶瓶盖,置于 100℃~105℃真空干燥箱中,压力不超过 0.7 kPa(约相当于 5 mmHg),真空干燥 3 h 后取出,放入干燥器内冷却至室温,称取质量。

4.3.3 结果计算

干燥失重 w_3 以质量分数计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_7 - m_8}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_7 ——干燥前的样品和称量瓶总质量,单位为克(g);

m_8 ——干燥后的样品和称量瓶总质量,单位为克(g);

m_9 ——样品质量,单位为克(g)。

4.4 炽灼残渣的测定

4.4.1 试剂及设备

4.4.1.1 硫酸。

4.4.1.2 马福炉。

4.4.2 测定方法

称取样品 1 g(准确至 0.01),置于已在 700℃~800℃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℃~800℃下灼烧至恒重。

4.4.3 结果计算

灼灼残渣 w_4 以质量分数计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_{10} - m_{11}}{m_{12}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_{10} ——坩埚和残渣质量,单位为克(g);

m_{11} ——坩埚质量,单位为克(g);

m_{12} ——样品质量,单位为克(g)。

5 检验规则

5.1 出厂检验

饲料添加剂叶酸应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验,本标准规定所有项目为出厂检验项目,生产企业应保证所有产品均符合本标准规定的要求。每批产品都应附有产品合格证。

5.2 进货验收

使用单位有权按照本标准的规定对所收到的叶酸产品进行验收,验收时间在货到一个月内进行。

5.3 取样方法

取样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶。瓶上贴有标签,并注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期。

抽样时,应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2份,每份样量应为检验所需试样的3倍量,装入样品瓶中,一份供检验用,另一份应密封保存,以备仲裁分析用。

5.4 判定规则

如果检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,应加倍抽样进行复验,复验结果仍有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品判为不合格品。

5.5 仲裁检验

如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商选定仲裁单位,按本标准的检验方法进行仲裁检验。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

本品装于适当的容器内封存,包装应符合运输和贮存的要求。每件包装的质量可根据客户的要求而定。

6.3 运输

应避免日晒雨淋、受热及撞击。搬运装卸小心轻放,不得与有毒有害或其他有污染的物品混装、混运。

6.4 贮存

本品应贮存在通风、阴凉、干燥、无污染的地方。

本品在规定的贮存条件下,原包装保质期24个月(开封后尽快使用,以免变质)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料添加剂 叶酸
GB/T 7302—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2008年5月第一版 2008年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31263

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 7302-2008