

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 7301—2002
代替 GB/T 7301—1987

饲料添加剂 烟酰胺

Feed additive—Nicotinamide

2002-09-24 发布

2003-03-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准修订了 GB/T 7301—1987《饲料添加剂 烟酰胺》。

本标准的试验方法是根据《中国药典》2000 年版二部制定的。

本标准与 GB/T 7301—1987 的主要技术差异如下：

- “产品外观和性状”改为“白色结晶性粉末或白色颗粒状粉末”；
- “烟酰胺含量”指标由“98.5%~101.0%”改为“大于等于 99.0%”；
- “干燥失重”改为“水分”，指标由“小于 0.5%”改为“小于等于 0.10%”；
- 增加了产品的鉴别方法(紫外鉴别和红外鉴别)；
- 规定了产品包装材料用铝箔聚乙烯袋或其他适当材质；
- 产品的保质期改为“原包装条件下,保质期为三年”。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准由广州龙沙有限公司负责起草。

本标准主要起草人:郭自爱、梁水娟、王义珍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 7301—1987。

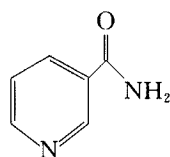
饲料添加剂 烟酰胺

1 范围

本标准规定了饲料添加剂烟酰胺的技术要求、试验方法、检验规则、标签以及包装运输和储存。本标准适用于以化学合成法制得的烟酰胺。烟酰胺在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

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(按1999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 606 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)

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

GB 10648 饲料标签

《中国药典》2000年版二部

3 要求

3.1 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 项目与指标

烟酰胺的技术指标应符合表1规定。

表1 技术指标

项 目	指 标
含量/(%)	≥ 99.0
熔点/℃	128.0~131.0
pH(10%溶液)	5.5~7.5
水分/(%)	≤ 0.10
重金属(以Pb计)/(%)	≤ 0.002
灼烧残渣/(%)	≤ 0.1

4 试验方法

本标准所用试剂和水,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。仪器、设备为一般实验室仪器设备。

4.1 外观和性状

取样观察,应符合 3.1 要求。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L,取氢氧化钠 4.3 g,加水使溶解成 100 mL。

4.2.1.2 硫酸铜溶液:125 g/L,取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的分子量为 249.69)12.5 g,加水使成 100 mL。

4.2.1.3 硫酸溶液:57 mL \rightarrow 1 000 mL,取硫酸 57 mL,加水稀释至 1 000 mL。

4.2.1.4 酚酞指示剂:10 g/L,取酚酞 1 g,加乙醇 100 mL 使溶解。

4.2.2 仪器设备

4.2.2.1 分析天平:精度为千分之一。

4.2.2.2 紫外分光光度计。

4.2.2.3 红外分光光度计。

4.2.3 鉴别步骤

- a) 取试样约 0.1 g,加水 5 mL 溶解后,加氢氧化钠溶液(4.2.1.1)5 mL,缓缓煮沸,即发生氨臭。继续加热至氨臭完全除去,冷却至室温,加酚酞指示剂(4.2.1.4)1~2 滴,用硫酸溶液(4.2.1.3)中和,加硫酸铜溶液(4.2.1.2)2 mL,即缓缓析出淡蓝色的沉淀,过滤,取沉淀,灼烧,即发生吡啶的臭气。
- b) 紫外鉴别: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,进行紫外分光光度测定,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。
- c) 红外鉴别:利用溴化钾压片法,试样的红外光吸收图谱与对照的图谱一致(光谱图参见附录 A)。

4.3 烟酰胺含量测定

4.3.1 试剂和溶液

4.3.1.1 冰乙酸。

4.3.1.2 乙酸酐。

4.3.1.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。按《中国药典》2000 年二部 附录 XV F 之规定制备和标定。

4.3.1.4 结晶紫指示剂:5 g/L,取结晶紫 0.5 g,加冰乙酸 100 mL 使溶解,即得。

4.3.2 测定步骤

称取试样 0.09 g~0.11 g(准确至 0.000 1 g),加冰乙酸(4.3.1.1)20 mL 溶解后,加乙酸酐

式中:

V_1 ——试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液(4.3.1.3)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_1 ——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 $M(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O})=122.1 \text{ g/mol}$;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——将体积 V_1 和 V_2 由毫升换算为升。

若试样滴定的温度与高氯酸标准滴定溶液标定时温度差别超过 10°C ,则应重新标定;若未超过 10°C ,则应根据式(2)将高氯酸标准滴定溶液的浓度 c_0 校正为 c_1 。

$$c_1 = \frac{c_0}{1 + 0.0011(t_1 - t_0)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

0.0011——冰乙酸的膨胀系数;

t_0 ——高氯酸标准滴定溶液(4.3.1.4)标定时温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);

t_1 ——试样滴定时的实际温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);

c_0 ——高氯酸标准滴定溶液在温度为 t_0 的标定浓度;

计算结果表示至小数点后一位。

4.3.4 允许误差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对差值不超过 0.3%。

4.4 熔点测定

4.4.1 仪器

4.4.1.1 熔点测定仪。

4.4.1.2 熔点测定毛细管。

4.4.1.3 玛瑙研钵。

4.4.2 测定步骤

按《中国药典》2000 版二部 附录 VI C 熔点测定法,第一法。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器设备

pH 计。

4.5.2 测定步骤

称取试样 1.0 g,加水 10 mL 使溶解,以玻璃电极为指示电极,用 pH 计测定。

4.6 水分测定

4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 碘。

4.6.1.2 无水甲醇。

4.6.1.3 吡啶。

4.6.1.4 卡尔·费休氏滴定溶液:滴定度 F 为每毫升相当于 2.000 mg 水。

卡尔·费休氏滴定溶液的制备和标定按 GB/T 606 规定执行。

4.6.2 仪器设备

分析天平:精度 0.000 1 g。

4.6.3 测定步骤

加 30 mL 甲醇(4.6.1.2)到滴定杯中,先用卡尔·费休氏滴定溶液(4.6.1.4)进行空白滴定,然后称取 2.5 g~4 g(准确至 0.000 1 g)试样到该滴定杯中,用“永停”滴定法指示终点进行测定。

4.6.4 计算和结果的表示

试样水分 W_2 (以质量分数%表示) 按式(3)计算:

$$W_2 = \frac{(V_3 - V_4) \times F}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_3 ——试样所消耗的卡尔·费休滴定溶液(4.6.1.4)体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白所消耗的卡尔·费休滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

F ——卡尔·费休滴定溶液的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_3 ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果表示至小数点后两位。

4.6.5 允许误差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对值之差不超过 0.01%。

4.7 重金属

4.7.1 试剂和溶液

4.7.1.1 铅标准贮备液〔每毫升含有铅(Pb)100 μ g〕:称取在 105℃干燥至恒重的硝酸铅 0.159 8 g(准
确至 0.000 2 g) 于 1 000 mL 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,作为贮

备液。

4.7.1.2 铅标准工作液:移取铅标准贮备液(4.7.1.1)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,该溶液每毫升含有 10 μ g 的铅(Pb)。

注:铅标准工作液临用前配制。

4.7.1.3 硫代乙酰胺溶液:40 g/L,取硫代乙酰胺 4 g,加水使溶解成 100 mL,置冰箱中保存。

4.7.1.4 氢氧化钠-甘油混合液:由 $c(\text{NaOH})=1$ mol/L 氢氧化钠溶液 15 mL、水 5.0 mL 及甘油 20 mL 组成。

4.7.1.5 硫代乙酰胺混合液:取 5.0 mL 氢氧化钠-甘油混合液(4.7.1.4)加硫代乙酰胺溶液(4.7.1.3)1.0 mL,置水浴上加热 20 s,冷却。

4.8.3 计算和结果表示

灼烧残渣 W_3 (以质量分数%表示)按式(4)计算:

$$W_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_4 ——坩埚加残渣的质量,单位为克(g);

m_5 ——坩埚质量,单位为克(g);

m_6 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 产品应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求,每批出厂的产品应附有质量证明书。

5.3 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行质量检验,检验其指标是否符合本标准的要求。

5.4 采样方法:采样需备有清洁、干燥、具有密闭性的样品瓶。瓶上贴有标签,注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期。

抽样时,应用清洁适用的抽样器。每批产品抽取两份有代表性的样品,每份抽样量应为检验所需样品的3倍量,装入样品瓶中,一份送化验室检验,另一份应密封保存,以备仲裁分析用。

5.5 如果检验结果有一项不合格,则应重新抽样,抽样量是第一次的两倍。产品重新检验结果即使只有一项不合格时,则整批不能验收。

5.6 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,按本标准的检验规则和试验方法进行仲裁分析。

6 标签

本产品标签应符合 GB 10648 规定。

7 包装、运输和储存

7.1 本产品装入铝箔聚乙烯袋等适当材质的包装袋中,正确称量,封口,盛于外包装容器内,封存。

7.2 运输过程应有遮盖物,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以及具有氧化性的物质混装、混运。

7.3 本品应于阴凉干燥处储存。

7.4 保质期:原包装在规定的储存条件下保质期为三年(开封后应尽快使用,以免变质)。

附录 A
(资料性附录)
烟酰胺标准红外光谱图

中文名: 烟酰胺

拉丁名: Nicotinamidum

分子式: $C_6H_6N_2O$

试样制备: KBr 压片法

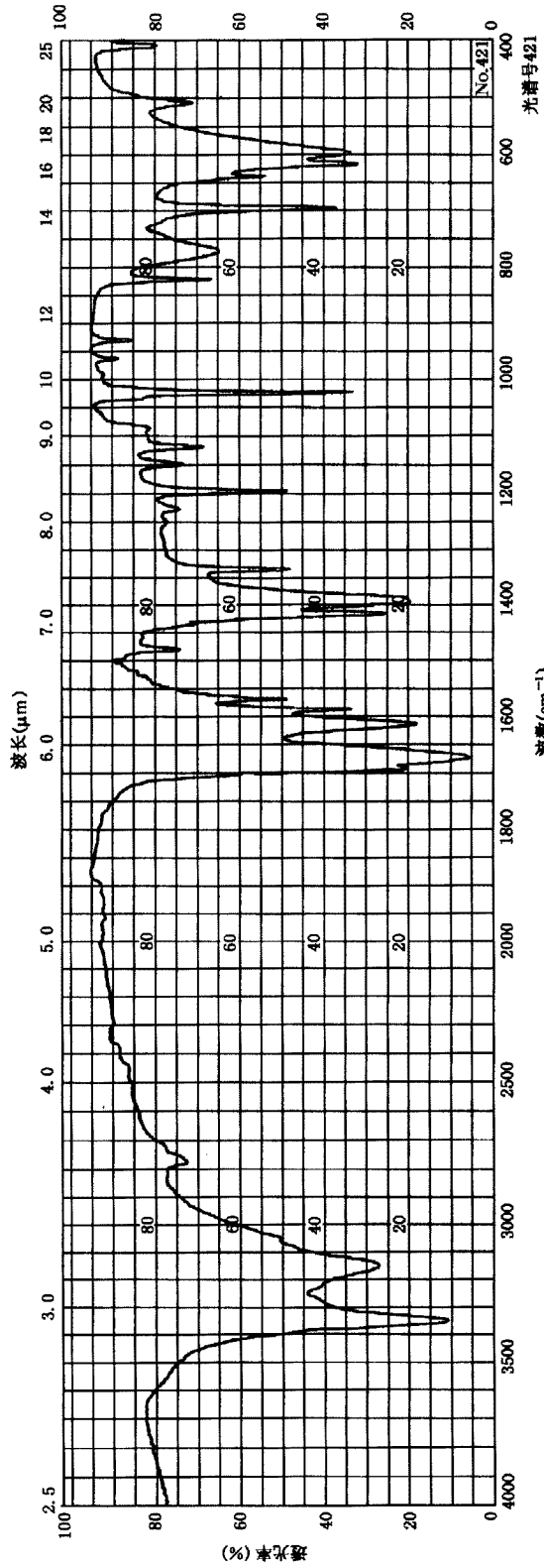
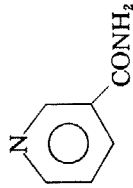


图 A.1 烟酰胺标准红外光谱图