



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7294—2006  
代替 GB/T 7294—1987

## 饲料添加剂 维生素 K<sub>3</sub> (亚硫酸氢钠甲萘醌)

Feed additive—  
Vitamin K<sub>3</sub> (menadione sodium bisulfite)

2006-06-09 发布

2006-09-01 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

本标准对 GB/T 7294—1987《饲料添加剂 维生素 K<sub>3</sub>(亚硫酸氢钠甲萘醌)》进行修订。

本标准与 GB/T 7294—1987 的主要差异如下：

- 增加了规范性引用文件一章；
- 删除了原标准外观和性状中的“黄褐色”；
- 增加了产品规格一章，规定了“甲萘醌(C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)含量≥50.0%”和“甲萘醌(C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)含量≥51.0%”两种产品规格；
- 原标准“项目和指标”改为“技术指标”，将技术指标中“含量(以 C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>·NaHSO<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O 计)”改为“含量(以甲萘醌计)”，将“亚硫酸氢钠含量”改为“游离亚硫酸氢钠含量”，并相应调整了主要技术指标的限量要求；
- 原标准中“亚硫酸氢钠甲萘醌含量测定”，本标准改为“甲萘醌含量测定”，计算公式也进行了修改；
- 增加了用高效液相色谱法测定维生素 K<sub>3</sub> 含量作为仲裁法；
- 增加了“甲萘醌含量测定”和“游离亚硫酸氢钠含量测定”的允许差；
- 原标准规定了水分、重金属和砷盐的测定，本标准直接引用《中华人民共和国药典》附录中的方法进行测定。

本标准自实施之日起同时代替 GB/T 7294—1987。

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：浙江省饲料监察所、浙江兄弟化工有限公司、大连威尼达国际工贸有限公司。

本标准主要起草人：施杏芬、金海丽、周中平、胡佳、宣士荣、朱聪英、黄茹程。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7294—1987。

## 饲料添加剂

### 维生素 K<sub>3</sub> (亚硫酸氢钠甲萘醌)

#### 1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 K<sub>3</sub> (亚硫酸氢钠甲萘醌) 产品的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输及贮存。

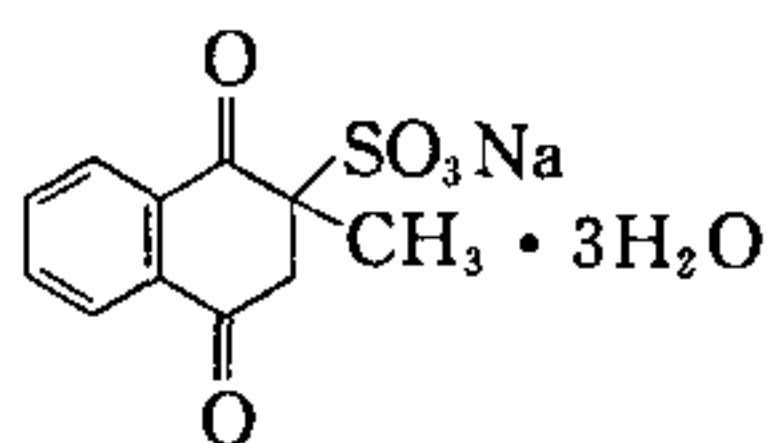
本标准适用于化学合成法制得的维生素 K<sub>3</sub> (亚硫酸氢钠甲萘醌)。该产品在饲料工业中作维生素类饲料添加剂。

化学名称: 亚硫酸氢钠甲萘醌

分子式:  $C_{11}H_8O_2 \cdot NaHSO_3 \cdot 3H_2O$

相对分子质量: 330.29 (按 1999 年国际相对原子质量)

化学结构式:



#### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696)

GB 9691 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准

GB 10648 饲料标签

中华人民共和国药典

#### 3 要求

##### 3.1 外观和性状

本品为白色结晶性粉末,无臭或微有特臭,有引湿性,遇光易分解。本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在乙醚或苯中几乎不溶。

##### 3.2 产品规格

产品规格分甲萘醌( $C_{11}H_8O_2$ )含量 $\geq 50.0\%$ 和甲萘醌( $C_{11}H_8O_2$ )含量 $\geq 51.0\%$ 两种。

##### 3.3 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	甲萘醌含量 $\geq 50.0\%$	甲萘醌含量 $\geq 51.0\%$
维生素 K <sub>3</sub> 含量(以甲萘醌计)/(%) $\geq$	50.0	51.0
游离亚硫酸氢钠(NaHSO <sub>3</sub> )含量/(%) $\leq$	10.0	8.0

表 1 (续)

项 目	指 标	
	甲萘醌含量 $\geq 50.0\%$	甲萘醌含量 $\geq 51.0\%$
水分/(%)	$\leq 13.0$	$\leq 13.0$
溶液色泽	$\leq$ 黄绿色标准比色液 4 号	
磺酸甲萘醌	无沉淀	
重金属(以 Pb 计)/(%)	$\leq 0.002$	
砷盐(As)/(%)	$\leq 0.000 5$	

#### 4 试验方法

本标准中所用试剂和水,在未注明其要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级用水。色谱分析中所用试剂均为色谱纯和优级纯,试验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

##### 4.1 试剂和溶液

- 4.1.1 碳酸钠溶液:取无水碳酸钠 10 g,加水溶解并稀释到 90 mL。
- 4.1.2 三氯甲烷(氯仿)。
- 4.1.3 95%乙醇。
- 4.1.4 亚硫酸氢钠。
- 4.1.5 氨水。
- 4.1.6 氰乙酸乙酯。
- 4.1.7 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠 10 g,加水溶解并稀释至 30 mL。
- 4.1.8 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=3 \text{ mol/L}$ ,取盐酸 27 mL 注入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。
- 4.1.9 氨水的乙醇溶液:取氨水(4.1.5)与乙醇(4.1.3)等体积混合。
- 4.1.10 无水乙醇。
- 4.1.11 2%三氯甲烷的无水乙醇溶液。
- 4.1.12 甲萘醌标准品。
- 4.1.13 甲醇(色谱级)。
- 4.1.14 碳酸钠溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3\right)=1 \text{ mol/L}$ ,称取无水碳酸钠 106 g,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。
- 4.1.15 碘液: $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right)=0.1 \text{ mol/L}$ ,按《中华人民共和国药典》附录配制与标定。
- 4.1.16 盐酸。
- 4.1.17 淀粉指示液:取可溶性淀粉 0.5 g,加入 5 mL 水搅匀后,缓缓倾入 100 mL 沸水,随加随搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上层清液(临用现配)。
- 4.1.18 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.1 \text{ mol/L}$ ,按《中华人民共和国药典》附录配制与标定。
- 4.1.19 邻菲罗啉标准溶液:取邻菲罗啉 0.5 g,加水 100 mL 使溶解,加磷酸 2 滴与邻菲罗啉 0.5 g,摇匀。本液应临用新制。
- 4.1.20 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜。
- ##### 4.2 仪器和设备
- 4.2.1 实验室常用仪器设备。
- 4.2.2 紫外分光光度仪,附 1 cm 石英比色杯。
- 4.2.3 高效液相色谱仪(带紫外检测器)。

4.2.4 费休氏水分测定仪。

### 4.3 鉴别方法

4.3.1 称取试样约 0.1 g,加水 10 mL 溶解,加碳酸钠溶液(4.1.1)3 mL,即发生甲萘醌的鲜黄色沉淀,用三氯甲烷(4.1.2)5 mL 萃取甲萘醌沉淀,三氯甲烷溶液通过用三氯甲烷(4.1.2)洗涤过的滤器过滤,滤液在热水浴中蒸去三氯甲烷,残余物用少量乙醇(4.1.3)溶解,并重新蒸干,残渣测其熔点(熔点按《中华人民共和国药典》附录测定)应为 104℃~107℃。

4.3.2 取 4.3.1 项下得到的甲萘醌沉淀约 50 mg,加水 5 mL 后,加亚硫酸氢钠(4.1.4)75 mg,在水浴上加热并剧烈振摇,直到全部溶解呈几乎无色的溶液,用水稀释到 50 mL,摇匀,取 2 mL,加氨水的乙醇溶液(4.1.9)2 mL,振摇,加氰乙酸乙酯(4.1.6)3 滴,即产生深紫蓝色。随即加氢氧化钠溶液(4.1.7)1 mL,溶液转变成绿色,随即变成黄色。

4.3.3 取试样 4% 的水溶液 2 mL,加盐酸溶液(4.1.8)数滴,并温热,即产生具臭味的二氧化硫气体。

### 4.4 甲萘醌含量测定

#### 4.4.1 紫外分光光度法

##### 4.4.1.1 标准溶液制备

称取甲萘醌标准品约 0.05 g(精确至 0.000 02 g),置于 250 mL 容量瓶中,用三氯甲烷(4.1.2)溶解,并稀释到刻度,摇匀。精密吸取 2 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇(4.1.10)稀释到刻度,摇匀。该溶液含维生素 K<sub>3</sub> 4 μg/mL。

##### 4.4.1.2 试料溶液制备

称取试样 1 g 左右(相当于甲萘醌 0.5 g,精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。精密吸取 25 mL 于 125 mL 分液漏斗中,加三氯甲烷(4.1.2)40 mL 和碳酸钠溶液(4.1.14)5 mL,剧烈振摇 30 s,静止分层,分出的三氯甲烷层通过预先用三氯甲烷(4.1.2)湿润的棉花过滤入 250 mL 容量瓶中,再用三氯甲烷(4.1.2)40 mL 迅速洗涤滤器,洗液并入容量瓶中,水层用三氯甲烷(4.1.2)萃取二次,每次约 20 mL,萃取液过滤,并用三氯甲烷(4.1.2)20 mL 洗涤滤器,洗液和全部滤液并入容量瓶中,用三氯甲烷(4.1.2)稀释到刻度,摇匀。精密吸取 2 mL 于 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇(4.1.10)稀释到刻度,摇匀。

##### 4.4.1.3 测定

标准溶液和试料溶液用紫外分光光度仪分别在(250±1) nm 波长处测定吸收度。用 2% 三氯甲烷的无水乙醇溶液(4.1.11)作空白。

##### 4.4.1.4 计算和结果的表示

$$X_1 = \frac{A_2 \times c_1 \times n_0}{A_1 \times m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A<sub>1</sub>——标准溶液的吸收度。

m<sub>1</sub>——试料质量,单位为克(g)。

##### 4.4.1.5 允许差

两次平行测定结果绝对值之差小于等于 1%。

#### 4.4.2 高效液相色谱法(仲裁法)

##### 4.4.2.1 标准品溶液的制备

称取甲萘醌标准品约 0.05 g(标准至 0.000 02 g)于 250 mL 容量瓶中,用三氯甲烷(4.1.2)溶解并



稀释至刻度,摇匀。准确吸取 2 mL 于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1.13)稀释至刻度并摇匀,过 0.45 μm 有机滤膜(4.1.20),上机。

4.4.2.2 试样溶液的制备

称取试样 1 g 左右(相当于甲萘醌 0.5 g,精确至 0.000 2g),置于 250 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。用三氯甲烷(4.1.14)5 mL,剧烈振摇 30 s,静止分层,分出的三氯甲烷层通过预先用三氯甲烷(4.1.2)湿润的棉花过滤入 250 mL 容量瓶中,再用三氯甲烷(4.1.2)40 mL 迅速洗涤滤器,洗液并入容量瓶中,水层用三氯甲烷(4.1.2)萃取二次,每次约 20 mL,萃取液过滤,并用三氯甲烷(4.1.2)20 mL 洗涤滤器,洗液和全部滤液并入容量瓶中,用三氯甲烷(4.1.2)稀释到刻度,摇匀。精密吸取 2 mL 于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.1.13)稀释到刻度,摇匀。过 0.45 μm 有机滤膜(4.1.20),上机。

4.4.2.3 测定

4.4.2.3.1 色谱条件

色谱柱:Sammary C<sub>18</sub> 250 mm×4.6 mm(内径),粒径 5 μm,或相当者。

流动相:甲醇(4.1.13)和水的混合液,V(甲醇)+V(水)=65+35。

流速:1.0 mL/min。

检测波长:250 nm。

进样量:20 μL。

4.4.2.3.2 上机测定

用高效液相色谱仪分别对标准品溶液和样品溶液进行进样检测,测定其色谱峰面积的响应值,进行定量计算。

4.4.2.4 计算和结果的表示

甲萘醌含量 X<sub>3</sub>,以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_3 = \frac{A_4 \times c_3 \times n_1}{A_3 \times m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A<sub>3</sub>——标准溶液的峰面积;

A<sub>4</sub>——试样溶液的峰面积;

c<sub>3</sub>——标准溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

n<sub>1</sub>——稀释倍数;

m<sub>2</sub>——试样质量,单位为克(g)。

4.4.2.5 允许差

两次平行测定结果绝对值之差小于等于 1%。

4.5 游离亚硫酸氢钠含量的测定

4.5.1 测定方法

称取试样 1.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释到刻度,摇匀,精密吸取 20 mL 于碘量瓶中,同时吸取水 20 mL 于另一碘量瓶中(作空白),分别加碘液(4.1.15)25 mL,密塞,放置 5 min,分别加盐酸(4.1.16)1 mL,分别用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.1.18)滴定剩余的碘,以淀粉指示液(4.1.17)3 mL 作指示剂。

4.5.2 计算和结果的表示

游离亚硫酸氢钠含量 X<sub>5</sub>,以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$X_5 = \frac{(V_0 - V) \times c_5 \times n_2 \times 52.03}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$V_0$ ——空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V$ ——试料溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$c_5$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

$n_2$ ——稀释倍数；

$m$ ——试料质量，单位为克(g)；

52.03——亚硫酸氢钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)  $\left[ M\left(\frac{1}{2}\text{NaHSO}_3\right) = 52.03 \right]$ 。

#### 4.5.3 允许差

两次平行测定结果绝对值之差小于等于2%。

#### 4.6 溶液色泽的检查

称取试样1 g(精确至0.1 g)用水25 mL溶解，溶液如显色，则按《中华人民共和国药典》附录规定，与真珠色标准比色液4号比较，不得更深。

#### 4.7 磺酸甲萘醌的检查

称取试样约0.2 g，加水10 mL溶解，加邻菲罗啉指示液(4.1.19)2滴，不得发生沉淀。

#### 4.8 水分的测定

按照《中华人民共和国药典》附录 水分测定法 第一法(费休氏法)测定。

#### 4.9 重金属的测定

按照《中华人民共和国药典》附录 重金属检查法 第一法测定。

#### 4.10 砷盐的测定

按照《中华人民共和国药典》附录 砷盐检查法 第一法(古蔡氏法)测定。

### 5 检验规则

5.1 饲料添加剂维生素 $K_3$ 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，生产企业应保证出厂产品均符合本标准规定的要求。每批产品检验合格后，方可出厂。

5.2 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。

5.3 采样方法：抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶(或样品袋)，瓶(袋)上贴有标签并注明：生产厂家、产品名称、批号、取样日期。

抽样时，应用清洁适用的取样工具。将所取样品充分混匀，以四分法缩分，每批样品分两份，每份样量应为检验所需试样的3倍量，装入样品瓶(袋)中，一瓶(袋)供检验用，一瓶(袋)密封保存备查。

5.4 判定规则：若检验结果有一项指标不符合本标准要求时，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要求时，则整批产品判为不合格品。

### 6 标签、包装、运输、贮存

#### 6.1 标签

标签按GB 10648执行。

#### 6.2 包装

本品用聚乙烯衬里的容器，密封避光包装。聚乙烯材料卫生指标应符合GB 9691的要求。

#### 6.3 运输

本产品运输过程中应避免日晒雨淋、受热，搬运装卸小心轻放，严禁碰撞，防止包装破损，严禁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。

#### 6.4 贮存

本产品应贮存在清洁的地方，防止日晒、雨淋、受潮，严禁与有毒有害的物品混贮。

## 7 保质期

本产品在规定贮存条件下,保质期为 12 个月。

---



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲 料 添 加 剂  
维 生 素  $K_3$  (亚硫酸氢钠甲萘醌)  
GB/T 7294—2006

\*

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](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

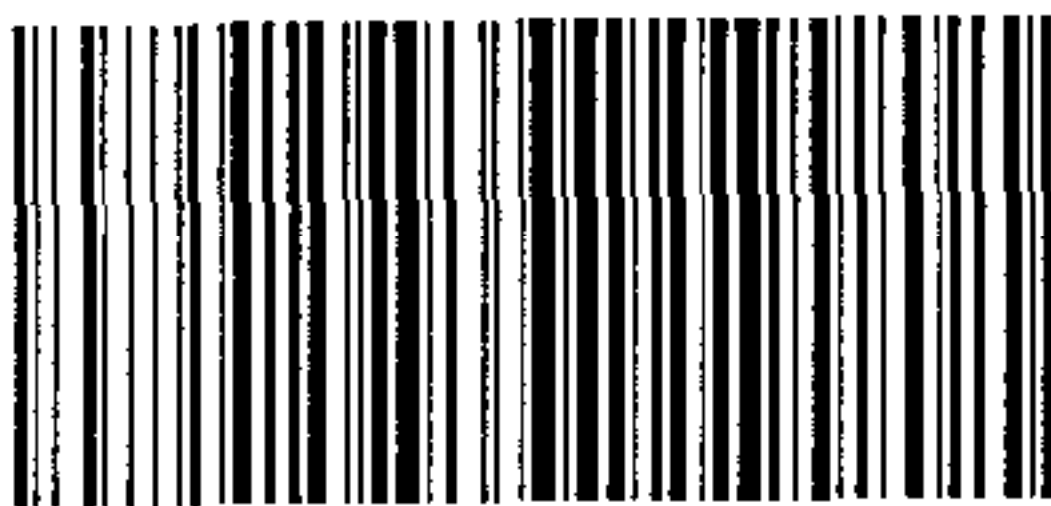
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字

2006年10月第一版 2006年10月第一次印刷

\*



GB/T 7294-2006

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