



中华人民共和国国家标准

GB/T 26442—2010

饲料添加剂 亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌

Feed additive—
Menadione nicotinamide bisulfite

2011-01-14 发布

2011-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(成都)、兄弟科技股份有限公司。

本标准主要起草人:柏凡、张静、李云、魏敏、夏德兵、蒋凯。

饲料添加剂

亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌

1 范围

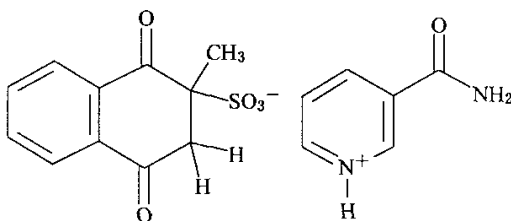
本标准规定了亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌(简称 MNB)产品的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于化学合成法制得的亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌产品。该产品在饲料工业中作维生素类饲料添加剂。

分子式: $C_{17}H_{16}N_2O_5S$

相对分子质量: 376.23(按 2007 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 9691 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 13088 饲料中铬的测定

《中华人民共和国兽药典》2005 年版一部

3 要求

3.1 性状

白色至浅黄色结晶性粉末,无臭。在水和甲醇中微溶,易溶于三氯甲烷。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目			指 标
熔点/℃			175~180
含量	烟酰胺/%	≥	31.2
	甲萘醌/%	≥	43.9
	MNB/%	≥	96.0
磺酸甲萘醌检查			无沉淀
水分/%			≤ 1.5
铅(Pb)/(mg/kg)			≤ 20
铬(Cr)/(mg/kg)			≤ 120
砷盐(以 As 计)/(mg/kg)			≤ 2

4 试验方法

本标准所用的试剂和水,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。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。原子吸收光谱法分析中所用试剂均为优级纯,水符合 GB/T 6682 中规定的一级水的要求。

4.1 试剂和溶液

- 4.1.1 氢氧化钠。
- 4.1.2 无水碳酸钠。
- 4.1.3 硫酸亚铁。
- 4.1.4 邻菲罗啉。
- 4.1.5 磷酸二氢钾。
- 4.1.6 硫酸。
- 4.1.7 三氯甲烷。
- 4.1.8 氨水。
- 4.1.9 甲醇。
- 4.1.10 亚硫酸氢钠甲萘醌标准品:纯度≥98.0%。
- 4.1.11 烟酰胺标准品:纯度≥99.0%。
- 4.1.12 氢氧化钠溶液:称取 4 g 氢氧化钠(4.1.1),加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.1.13 碳酸钠溶液:称取无水碳酸钠(4.1.2)10.6 g,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.1.14 氨水溶液:量取氨水(4.1.8)25 mL,用水稀释至 100 mL。
- 4.1.15 0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液:称取 2.72 g 磷酸二氢钾(4.1.5),用水溶解并定容至 1 000 mL。
- 4.1.16 亚硫酸氢钠甲萘醌标准溶液的配制:
 - a) 标准储备液:准确称取 100.0 mg 亚硫酸氢钠甲萘醌标准品(4.1.10)于 100 mL 棕色容量瓶中,用水溶解并定容,此储备液浓度为 1 000 μg/mL。置于 2℃~8℃ 冰箱中避光保存,有效期 1 周。
 - b) 标准工作液:取适量标准储备液,用水稀释成浓度分别为 5.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、

100.0 $\mu\text{g/mL}$ 、200.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。临用现配。

4.1.17 烟酰胺标准溶液的配制:

- a) 标准储备液:准确称取 100.0 mg 烟酰胺标准品(4.1.11)于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并定容,此储备液浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。置于 2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存,有效期 3 个月。
- b) 标准工作液:取适量标准储备液,用水稀释成浓度分别为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 、200.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。有效期 1 个月。

4.1.18 邻菲罗啉指示液:称取硫酸亚铁(4.1.3)0.5 g,加水 100 mL 溶解,加硫酸(4.1.6)2 滴和邻菲罗啉(4.1.4)0.5 g,摇匀。本品需临用现配。

4.2 仪器和设备

4.2.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器或二极管阵列检测器)。

4.2.2 减压干燥器。

4.2.3 熔点测定仪。

4.2.4 薄层板(GF254)。

4.2.5 254 紫外灯。

4.3 鉴别

4.3.1 甲萘醌的鉴别:取试样约 0.1 g,加水 25 mL,溶解后,滴加氢氧化钠溶液(4.1.12)即生成甲萘醌的黄色沉淀。

4.3.2 烟酰胺的鉴别:取试样适量(相当于烟酰胺 0.05 g),溶于 15 mL 水中,置于分液漏斗中,加 30 mL 三氯甲烷(4.1.7)和 5 mL 碳酸钠溶液(4.1.13),振摇萃取,静置,取上层水相作为样品溶液。同时称取 0.05 g 烟酰胺标准品,溶于 20 mL 水作为标准品溶液。以薄层板(GF254)为固定相,以 100 份甲醇(4.1.9)和 1.5 份氨水溶液(4.1.14)为展开剂展开,取出晾干后在 254 紫外灯下观察,样品点和标准品溶液点的比移值(RF)应相同。

4.3.3 熔点的测定:按《中华人民共和国药典》2005 年版一部附录 45 熔点测定法第一法测定,熔点为 175 $^{\circ}\text{C}$ ~180 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 含量测定

4.4.1 原理

试样在水溶液中分解为亚硫酸甲萘醌和烟酰胺,经反相色谱分离,用紫外检测器检测,外标法计算含量。

4.4.2 试样溶液的制备

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加水 70 mL,超声提取 5 min,用水定容,摇匀。精密吸取 1 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,过 0.45 μm 微孔滤膜,供高效液相色谱仪分析。

4.4.3 测定

4.4.3.1 色谱条件

色谱柱: C_{18} 柱,长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm ,或相当者。

柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。

流动相:0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液(4.1.15)+甲醇=65+35(体积比)。

流速:1.0 mL/min。

检测波长:265 nm。

进样量:10 μ L。

4.4.3.2 上机测定

取标准工作液和试样溶液,注入液相色谱仪,记录色谱图(标准色谱图参见附录 A)。按照保留时间进行定性,样品与标准品保留时间的相对偏差不大于 2%,采用单点或多点校正外标法定量。待测样液中亚硫酸甲萘醌和烟酰胺的响应值应在工作曲线范围内。

4.4.3.3 计算和结果的表示

试样中烟酰胺的含量 X_1 、甲萘醌的含量 X_2 、MNB 的含量 X_3 以质量分数(%)表示,分别按式(1)、式(2)、式(3)计算:

$$X_1 = \frac{A_1 \times C_{S1} \times n}{A_{S1} \times m \times 10^6} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_{S1} ——烟酰胺标准品溶液的色谱峰面积;

A_1 ——烟酰胺供试品溶液的色谱峰面积;

C_{S1} ——烟酰胺标准溶液的浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

n ——稀释倍数。

$$X_2 = \frac{A_2 \times C_{S2} \times n}{A_{S2} \times m \times 10^6} \times 0.623 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_{S2} ——亚硫酸氢钠甲萘醌标准品溶液的色谱峰面积;

A_2 ——亚硫酸氢钠甲萘醌供试品溶液的色谱峰面积;

C_{S2} ——亚硫酸氢钠甲萘醌标准溶液的浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

n ——稀释倍数;

0.623——甲萘醌与亚硫酸氢钠甲萘醌(未含结晶水)的换算系数。

$$X_3 = X_2 \times 2.186 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_2 ——甲萘醌的含量,%;

2.186——亚硫酸氢烟酰胺甲萘醌与甲萘醌的换算系数。

计算结果保留至小数点后两位。

4.4.4 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不得超过 2.0%。

4.5 磺酸甲萘醌检查

称取试样约 0.2 g,加水 10 mL,超声溶解,加邻菲罗啉指示液(4.1.18)2 滴,不得发生沉淀。

4.6 水分

称取试样(精确至 0.000 1 g),按照《中华人民共和国兽药典》2005 年版一部附录 69 水分测定法第一法测定。

4.7 铅的测定

按 GB/T 13080 测定。

4.8 铬的测定

按 GB/T 13088 测定。

4.9 砷的测定

按 GB/T 13079 测定。

5 检验规则

5.1 应由生产企业的质量检验部门进行检验,本标准规定的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的要求。

5.2 在规定期限内具有同一性质和质量,并在同一连续生产周期中生产出来的一定数量的产品为一批。

5.3 使用单位可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,检验其是否符合本标准的要求。

5.4 取样方法:抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的试样瓶(袋),瓶(袋)上贴有标签并注明:生产企业名称、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伸入包装容器的四分之三深处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分,每批样品分 2 份,每份样品量应不少于检验所需试样的 3 倍量,装入样品瓶(袋)中,一瓶(袋)供检验用,另一瓶(袋)密封保存备查。

5.5 出厂检验若有一项指标不符合本标准要求时,允许加倍抽样进行复验,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。

5.6 如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方商请仲裁单位按本标准的检验方法和规则进行仲裁。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

6.2 包装

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

在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

应贮存在阴凉、干燥、避光处,严禁与有毒有害的物品混贮。

7 保质期

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)
标准色谱图

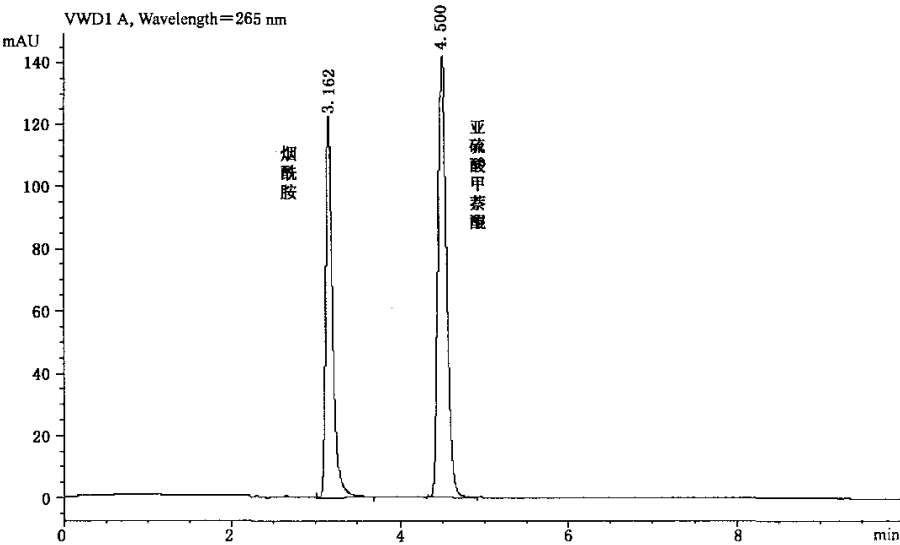


图 A. 1 标准色谱图