

## 前 言

本标准非等效采用美国药典(USPXX,第5增刊,1984)中甜菜碱盐酸盐产品规格,结合我国饲料行业的实际情况而制定。本标准与美国药典技术要求差异如下:灼烧残渣本标准不大于0.2%,美国药典不大于0.1%。含量测定采用美国药典中规定的方法。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国农业科学院饲料研究所、国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人:满晨、孙毓秀、闫惠文、干小英、刘庆生。

# 中华人民共和国农业行业标准

## 饲料级甜菜碱盐酸盐

NY 399—2000

Feed grade betaine hydrochloride

### 1 范围

本标准规定了饲料级甜菜碱盐酸盐的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。  
本标准适用于以三甲胺水溶液与氯乙酸反应生成的甜菜碱盐酸盐。

分子式： $C_5H_{11}NO_2 \cdot HCl$

结构式： $[(CH_3)_3N-CH_2-COO] \cdot HCl$

相对分子质量：153.61(1997年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB 10648—1999 饲料标签

### 3 要求

#### 3.1 理化性状

3.1.1 本品为白色结晶型粉末。

3.1.2 本品易溶于水、乙醇,难溶于乙醚、三氯甲烷。

3.1.3 本品水溶液(1+4)的pH值为0.8~1.2。

3.1.4 本品具有吸湿性。

3.2 甜菜碱盐酸盐应符合表1要求。

表1 要求

指标名称	指标
含量(以 $C_5H_{11}NO_2 \cdot HCl$ 干基计),%	98.0~100.5
干燥失重,% $\leq$	0.5
灼烧残渣,% $\leq$	0.2
重金属(以Pb计),% $\leq$	0.001
砷,% $\leq$	0.0002

中华人民共和国农业部 2000-08-30 批准

2000-12-01 实施

## 4 试验方法

本标准所用试剂和水,在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在未注明其他要求时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

### 4.1 鉴别试验

#### 4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 硝酸铋溶液:0.85 g 碱式硝酸铋溶于 10 mL 乙酸和 40 mL 的水中。

4.1.1.2 碘化钾溶液:8 g 碘化钾溶于 20 mL 的水中。

4.1.1.3 盐酸溶液:1+4。

4.1.1.4 碘化铋钾溶液:将硝酸铋溶液(4.1.1.1)与碘化钾溶液(4.1.1.2)等体积混合(棕色玻璃容器贮存)。

4.1.1.5 改良碘化铋钾溶液:取碘化铋钾溶液(4.1.1.4)1 mL,加盐酸溶液(4.1.1.3)2 mL,加水至 10 mL(现用现配)。

4.1.1.6 硝酸银溶液:17 g/L。

4.1.1.7 硝酸溶液:1+9。

4.1.1.8 氨溶液:4+10。

#### 4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 取 0.5 g 试样,加 1 mL 水溶解,加入 2 mL 改良碘化铋钾溶液(4.1.1.5),振摇,产生橙红色沉淀。

4.1.2.2 本品的水溶液显示氯化物的鉴别反应

取适量本品,加水溶解,加硝酸溶液(4.1.1.7)使成酸性后,加硝酸银溶液(4.1.1.6),即生成白色凝乳状沉淀。分离出的沉淀加氨溶液(4.1.1.8)即溶解,再加硝酸,白色凝乳状沉淀复生成。

### 4.2 甜菜碱盐酸盐含量的测定

#### 4.2.1 原理

含量测定采用非水滴定法。用乙酸汞将甜菜碱盐酸盐转化为乙酸盐和难电离的氯化汞,在乙酸介质中用高氯酸标准滴定溶液对生成的乙酸盐进行滴定。

#### 4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 冰乙酸。

4.2.2.2 乙酸汞溶液:50 g/L。取 5 g 乙酸汞研细,加 100 mL 温热的冰乙酸溶解。本试液应置于棕色瓶内,密闭保存。

4.2.2.3 结晶紫指示液:2 g/L。取 0.2 g 结晶紫,加 100 mL 冰乙酸。

4.2.2.4 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$  溶液。

#### 4.2.3 仪器设备

25 mL 酸式滴定管。

#### 4.2.4 测定步骤

试样预先在 105℃ 烘箱干燥至恒重,称取干燥试样 0.4 g(精确至 0.000 2 g),加 50 mL 冰乙酸,加热至溶解,加 25 mL 乙酸汞溶液,冷却,加结晶紫指示剂 2 滴,用高氯酸标准液(0.1 mol/L)滴定至溶液呈绿色,并将滴定结果用空白试验校正。

#### 4.2.5 分析结果的表述

甜菜碱盐酸盐( $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$ )的质量百分数按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{c(V - V_0) \times 0.01536}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：X——试样中甜菜碱盐酸盐含量，%；

c——高氯酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V——滴定试样时消耗高氯酸标准液的体积，mL；

V<sub>0</sub>——滴定空白时消耗高氯酸标准液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.015 36——与1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液[c(HClO<sub>4</sub>)=0.1 mol/L]相当的、以克表示的甜菜碱盐酸盐的质量。

#### 4.2.6 允许差

以算术平均值为测定结果，两次平行测定结果绝对差值不大于0.2%。

#### 4.3 干燥失重的测定

##### 4.3.1 仪器、设备

4.3.1.1 电热干燥箱：温度可控制为(105±2)℃。

4.3.1.2 称样皿：玻璃，直径40 mm以上，高25 mm。

4.3.1.3 干燥器：用氯化钙或硅胶作干燥剂。

##### 4.3.2 测定方法

用烘干至恒重的称样皿称取试样1 g，称准至0.000 2 g，放入(105±2)℃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。

##### 4.3.3 分析结果的表述

甜菜碱盐酸盐干燥失重以质量百分数X<sub>1</sub>表示，按式(2)计算：

$$X_1(\%) = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：m<sub>0</sub>——干燥前试样质量，g；

m<sub>1</sub>——干燥后试样质量，g。

##### 4.3.4 允许差

以算术平均值为测定结果，两次平行测定结果绝对差值不大于0.2%。

#### 4.4 灼烧残渣的测定

##### 4.4.1 仪器、设备

4.4.1.1 高温炉：可控制温度为(550±20)℃。

4.4.1.2 坩埚：瓷质，容积50 mL。

4.4.1.3 干燥器：用氯化钙或硅胶作干燥剂。

##### 4.4.2 测定方法

在灼烧至恒重的瓷坩埚中，称取试样1 g，称准至0.000 2 g。在电炉上小心炭化至无黑烟，再移入高温炉于(550±20)℃灼烧3~4 h，取出后稍冷再放入干燥器，冷却至室温，称量。再重复灼烧1 h，称量至恒重。

##### 4.4.3 分析结果的表述

甜菜碱盐酸盐灼烧残渣以质量百分数X<sub>2</sub>表示，按式(3)计算：

$$X_2(\%) = \frac{m_4 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：m<sub>2</sub>——试样质量，g；

m<sub>3</sub>——恒重空坩埚质量，g；

m<sub>4</sub>——灰分和坩埚质量，g。

##### 4.3.4 允许差

以算术平均值为测定结果，粗灰分含量在5%以上，允许相对偏差为1%；粗灰分含量在5%以下，

允许相对偏差为5%。

#### 4.5 重金属的测定

##### 4.5.1 试剂和材料

4.5.1.1 盐酸溶液:1+3。

4.5.1.2 冰乙酸溶液:1+16。

4.5.1.3 硫化钠溶液:50 g/L。当溶液变色或出现混浊时重新配制。

4.5.1.4 铅标准溶液:1 mL含0.01 mg铅。按GB 602之规定配制,临用时再准确稀释10倍。

##### 4.5.2 测定步骤

准确称取1.0 g试样,精确至0.01 g,置于瓷坩埚中,缓慢加热至炭化,再于500℃高温下加热3 h。在残渣中加入4 mL盐酸(4.5.1.1),在水浴上加热并烘干。加10 mL热水并浸渍2 min,全部转入钠氏比色管,加2 mL冰乙酸溶液(4.5.1.2),用水稀释至50 mL,加2滴硫化钠溶液(4.5.1.3),放置5 min。

移取1 mL铅标准溶液(4.5.1.4)与试样同时同样显色作为标准。试样液颜色不得深于此标准液。

#### 4.6 砷的测定

##### 4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 盐酸溶液:1+1。

4.6.1.2 碘化钾溶液:165 g/L。

4.6.1.3 40%氯化亚锡溶液:称取200 g氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),溶于一定量浓盐酸中,然后用浓盐酸稀释至500 mL。如果保存数月,可加几粒锡粒。

4.6.1.4 无砷锌粒。

4.6.1.5 10%乙酸铅溶液:称取10.0 g乙酸铅,溶于20 mL 6 mol/L乙酸中,加水稀释至100 mL。

4.6.1.6 乙酸铅棉花:将脱脂棉在10%乙酸铅溶液(4.6.1.5)中浸泡约1 h,压除多余溶液,使脱脂棉疏松,在100℃以下干燥后,储存于玻璃瓶中。

4.6.1.7 溴化汞试纸。

4.6.1.8 砷标准溶液:1 mL含0.001 mg砷。按GB 602之规定配制,临用时再准确稀释100倍。

##### 4.6.2 测定方法

称取1 g样品,精确至0.01 g,置于广口瓶中,按GB/T 610.1规定的方法进行测定。其砷斑不得深于标准。

移取2 mL砷标准溶液(4.6.1.8)与试样同时同样处理,作为标准。

## 5 检验规则

5.1 饲料级甜菜碱盐酸盐应由生产厂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,生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准规定的要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料级甜菜碱盐酸盐产品进行验收。验收时间在货到1个月内进行。

5.3 以每釜一次投料生产的产品量为一批。

5.4 按照GB 6678—1986中第6.6条规定确定采样单元数。采样时用取样器自袋口中心垂直插入深度四分之三处取样,所取样品量不少于500 g。将选取的样品迅速混匀,用四分法缩分到不少于100 g,分装于两个清洁、干燥、具塞的磨口玻璃瓶中,贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期、采样者姓名。一瓶送化验室分析检验,另一瓶密封保存3个月,备查。

##### 5.5 检验结果的判定

5.5.1 如检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装取样进行复验。复验的结果有一项指标不符合本标准的要求时,则整批为不合格品。

5.5.2 分析结果的最终表示应和表1要求的保证值有效位数一致。

## 6 标志、包装、运输和贮存

- 6.1 饲料级甜菜碱盐酸盐内包装采用聚乙烯塑料袋,外包装采用塑料编织袋,双层密封。包装袋内应附有产品使用说明书。每袋净重 25 kg、20 kg 或根据用户要求进行包装。
  - 6.2 饲料级甜菜碱盐酸盐包装袋上应有牢固清晰的标签,其内容符合 GB 10648 的规定。
  - 6.3 饲料级甜菜碱盐酸盐应贮存在阴凉、干燥通风的库房内。保质期 12 个月。
  - 6.4 饲料级甜菜碱盐酸盐运输时要防止破包、防潮、防雨、防晒。
  - 6.5 饲料级甜菜碱盐酸盐贮运中,禁止与有毒、有害、有腐蚀性和其他污染物品混贮、混运。
-