

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 916—2004

饲料添加剂 吡啶甲酸铬

Feed additive chromium picolinate

2005-01-04 发布

2005-02-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

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：中国农业科学院畜牧研究所。
本标准主要起草人：张敏红、郑姗姗、杜荣。

饲料添加剂 吡啶甲酸铬

1 范围

本标准规定了饲料添加剂吡啶甲酸铬的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于以三氯化铬与吡啶甲酸反应生成的吡啶甲酸铬产品,不适用于其他加入载体的吡啶甲酸铬预混剂。
分子式: $\text{Cr}(\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2)_3$
相对分子质量:418.31[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 5917 配合饲料粉碎粒度测定方法
GB/T 6435 饲料水分的测定方法
GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
GB 10648 饲料标签
GB/T 13079 饲料中总砷的测定方法
GB/T 13080 饲料中铅的测定方法

3 要求

3.1 外观
本品为紫红色、结晶性细小粉末,流动性良好。

3.2 技术指标
见表 1。

表 1 技术指标
单位为百分率(%)

项 目	指 标
吡啶甲酸铬含量	≥ 98.0
总铬含量	12.2~12.4
干燥失重	≤ 2.0
铅	≤ 0.002
砷	$\leq 0.000\ 5$
细度(通过 $W=150\mu\text{m}$ 试验筛)	≥ 90.0

4 试验方法

除非另有说明,在本标准分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 吡啶甲酸铬的鉴定

4.1.1 试剂和溶液

所有有机溶剂需经过超声脱气,过孔径为 0.45 μm 滤膜

4.1.1.1 甲醇

色谱纯

4.1.1.2 吡啶甲酸铬标准品

吡啶甲酸铬含量 $\geq 99.9\%$

4.1.1.3 吡啶甲酸铬标准贮备液

准确称取 0.05 g 吡啶甲酸铬标准品(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入 30 mL 甲醇,超声 30 min,用甲醇稀释至刻度,混匀,每毫升含吡啶甲酸铬 500 μg 。贮备液在 4℃ 下保存。

4.1.2 仪器

4.1.2.1 微孔滤膜

孔径 0.45 μm 。

4.1.2.2 微量移液器

4.1.2.3 高效液相色谱仪

具有紫外检测器。

4.1.3 测定方法

4.1.3.1 试液的制备

准确称取试样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 具塞三角瓶中,加入 20 mL 甲醇,在超声水浴中保持 30 min。取 10 mL 上清液在水浴中蒸发至干,用 10 mL 甲醇溶解并转入 50 mL 容量瓶中,再超声 5 min,用甲醇定容;再准确吸取该溶液 100 μL ,用水稀释定容至 10 mL,过孔径为 0.45 μm 膜,待测。

4.1.3.2 吡啶甲酸铬标准曲线的绘制

吸取 1 mL 吡啶甲酸铬标准贮备液(4.1.1.3)用水稀释定容至 50 mL,再准确吸取该溶液 25 μL 、50 μL 、100 μL 、150 μL 、200 μL ,用水稀释定容至 10 mL,该系列溶液的浓度为 0.025 $\mu\text{g/mL}$ 、0.050 $\mu\text{g/mL}$ 、0.100 $\mu\text{g/mL}$ 、0.150 $\mu\text{g/mL}$ 、0.200 $\mu\text{g/mL}$,以吡啶甲酸铬标准系列溶液色谱峰面积为纵坐标,标准系列溶液浓度为横坐标绘制标准曲线。

4.1.3.3 HPLC 测定条件

色谱柱:ODS-C₁₈柱(5 μm),长 250 mm,内径 4.6 mm。

流动相:甲醇:水=30:70。

流速:0.8 mL/min。

紫外检测器检测波长:264 nm。

进样量:10 μL 。

保留时间:2.72 min。

4.1.4 吡啶甲酸铬的鉴定

通过比较样品溶液与相应浓度的标准溶液组分的色谱峰保留时间和峰形,确认样品溶液色谱峰是否与吡啶甲酸铬标准溶液色谱峰完全一致。若一致,则样品为吡啶甲酸铬;否则,样品为非吡啶甲酸铬。

4.2 吡啶甲酸铬含量测定

4.2.1 结果计算

依据标准曲线得到的试液中吡啶甲酸铬浓度 ρ_1 ,计算样品中吡啶甲酸铬的含量 X_1 (%),以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\rho_1 \times V_1}{m_1} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——从标准曲线上查得的试液中吡啶甲酸铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试样稀释总体积,单位为毫升(mL);

10^{-4} ——单位换算;

m_1 ——试样质量,单位为克(g)。

4.2.2 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,2次平行测定的绝对差值不得大于1%。

4.3 总铬含量的测定

4.3.1 原理

试样经前处理后制成稀酸溶液,喷入空气—乙炔火焰,铬离子即被原子化,于357.9 nm处测量其对铬空心阴极灯辐射的吸收,利用吸光度与铬浓度成正比的原理,与标准曲线比较确定铬含量。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 铬标准贮备溶液

溶液中铬元素标准物浓度为1 000 $\mu\text{g/mL}$ (国家标准物中心有售),在4℃下保存。

4.3.2.2 混合酸液

硝酸+高氯酸=3+1(以体积计),优级纯。

4.3.2.3 10%氯化铵溶液

准确称取10 g氯化铵,精确到0.000 1 g,置于100 mL容量瓶中,去离子水溶解并定容。

4.3.2.4 10%硝酸溶液

准确移取10.0 mL硝酸,优级纯,置于100 mL容量瓶中,去离子水定容。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 原子吸收分光光度计。

4.3.3.2 分析天平

感量0.000 1 g。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试液制备

准确称取试样1.0 g(精确至0.000 1 g),于50 mL三角瓶中,加混合酸液(4.3.2.2)10 mL,在室温下过夜。然后,在电热板上加热至浓白烟产生,酸液剩余2 mL~3 mL时,冷却,用去离子水溶解后过滤,并转移到100 mL容量瓶中,用去离子水冲洗漏斗并定容;准确吸取试液5 mL于200 mL容量瓶中,加入10%氯化铵溶液(4.3.2.3)8 mL,用去离子水定容,待测。同时,做平行试剂空白。

4.3.4.2 铬标准系列溶液配制

准确吸取铬标准贮备液(4.3.2.1)0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL、0.50 mL分别于50 mL容量瓶中,加10%氯化铵溶液(4.3.2.3)2.0 mL,去离子水定容,使其浓度分别为2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、6.0 $\mu\text{g/mL}$ 、8.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

标准空白溶液为准确吸取10%氯化铵溶液(4.2.2.3)2.0 mL于50 mL容量瓶中,用10%硝酸溶液(4.2.2.4)定容至刻度。

4.3.4.3 测定

将试液(4.3.4.1)、试剂空白液和铬标准系列液(4.2.4.2)在铬空心阴极灯下于波长357.9 nm下进行测定。

4.3.5 结果计算

依据铬元素标准溶液的标准曲线得到的试液铬的浓度 ρ_2 ,计算试样中铬的含量 $X_2(\%)$,以质量分

数表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{\rho_2 \times V_2}{m_2} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_2 ——从标准曲线上查得的试液中铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_2 ——试样稀释总体积,单位为毫升(mL);

10^{-4} ——单位换算;

m_2 ——样品质量,单位为克(g)。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,2次平行测定的绝对差值不得大于5%。

4.4 干燥失重的测定

称取试样约1 g(准确至0.000 1 g),按照GB/T 6435测定。

4.5 铅的测定

按照GB/T 13080测定。

4.6 砷的测定

按照GB/T 13079测定。

4.7 细度的测定

按照GB/T 5917测定。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。本产品应由生产厂家的质量检验部门进行取样检验。

5.2 生产厂方保证所有出厂的该产品都符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书。

5.3 使用单位有权按照本标准的验收规则和试验方法对所有收到的产品进行验收。

5.4 取样件数按GB/T 6678—1986中6.6规定的采样单元数。

5.5 取样时,用取样器插入料层深度3/4处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分到不少于100 g,分装入2个清洁、干燥、具有磨口塞的样品瓶中,贴上标签,并注明生产厂家、产品名称、生产日期、批号、取样日期和取样者姓名。一瓶供检验用,一瓶供密封保存备查。

5.6 如果在检验中有一项指标不符合标准时,应扩大抽样范围并重新抽样检验。产品重新检验仍有一项不符合标准时,则整批不能验收。

5.7 如果供需双方对产品质量发生异议时,由仲裁单位按本标准的验收规定和检验方法进行仲裁检验。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 本产品包装上标签应符合GB 10648规定。

6.2 本产品应装于防潮的硬纸板桶(箱)中,内衬食品用聚乙烯塑料袋。也可根据用户要求进行包装。

6.3 本产品不得与有毒、有害或其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、合运。

6.4 本产品应贮存在阴凉、干燥、清洁的室内仓库中,不得与有毒物品混存。

6.5 按规定包装,原包装在规定的贮存条件下保质期为12个月(开封后尽快使用,以免受潮)。