



中华人民共和国国家标准

GB 7300.206—2025

代替 GB 34462—2017

饲料添加剂 第2部分：维生素及类维生素 氯化胆碱

Feed additives—Part 2: Vitamins, provitamins and chemically well-defined
substances having similar effects—Choline chloride

2025-12-31 发布

2027-01-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 GB 7300《饲料添加剂》的第 206 部分。GB 7300 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸(GB 7300.101)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸(GB 7300.102)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物(GB 7300.103)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸(GB 7300.104)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 牛磺酸(GB 7300.105)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 维生素 D₃ 油(GB 7300.202)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱(GB 7300.203)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 核黄素(维生素 B₂)(GB 7300.205)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 氯化胆碱(GB 7300.206)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 烟酰胺(GB 7300.207)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸钙(GB 7300.208)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 氰钴胺(维生素 B₁₂)(GB 7300.209)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘化钾(GB 7300.301)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 亚硒酸钠(GB 7300.302)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾(GB 7300.303)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 甘氨酸铁络合物(GB 7300.304)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碱式氯化铜(GB 7300.305)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 烟酸铬(GB 7300.306)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 甘氨酸锌(GB 7300.307)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 苏氨酸锌螯合物(GB 7300.308)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 乳酸亚铁(GB 7300.309)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 酵母硒(GB 7300.310)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 磷酸二氢钙(GB 7300.311)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 磷酸三钙(GB 7300.312)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 磷酸氢钙(GB 7300.313)；
- 第 4 部分：酶制剂 木聚糖酶(GB 7300.401)；
- 第 4 部分：酶制剂 植酸酶(GB 7300.402)；
- 第 4 部分：酶制剂 纤维素酶(GB 7300.403)；
- 第 4 部分：酶制剂 β -甘露聚糖酶(GB 7300.404)；
- 第 4 部分：酶制剂 α -半乳糖苷酶(GB 7300.405)；
- 第 5 部分：微生物 酿酒酵母(GB 7300.501)；
- 第 5 部分：微生物 植物乳杆菌(GB 7300.502)；
- 第 5 部分：微生物 嗜酸乳杆菌(GB 7300.503)；

- 第 5 部分:微生物 尿肠球菌(GB 7300.504);
- 第 5 部分:微生物 凝结芽孢杆菌(GB 7300.505);
- 第 5 部分:微生物 德式乳杆菌乳酸亚种(GB 7300.506);
- 第 5 部分:微生物 粪肠球菌(GB 7300.507);
- 第 6 部分:非蛋白氮 尿素(GB 7300.601);
- 第 6 部分:非蛋白氮 磷酸氢二铵(GB 7300.602);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠(GB 7300.801);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 丙酸(GB 7300.802);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 氯化铵(GB 7300.803);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸(GB 7300.804);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 乳酸(GB 7300.805);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 甲酸钙(GB 7300.806);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 柠檬酸钙(GB 7300.807);
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 双乙酸钠(GB 7300.808);
- 第 9 部分:着色剂 β -胡萝卜素粉(GB 7300.901);
- 第 9 部分:着色剂 β, β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(GB 7300.902);
- 第 10 部分:调味和诱食物质 谷氨酸钠(GB 7300.1001);
- 第 10 部分:调味和诱食物质 大蒜素(GB 7300.1002);
- 第 10 部分:调味和诱食物质 新甲基橙皮苷二氢查耳酮(GB 7300.1003);
- 第 13 部分:其他 胆汁酸(GB 7300.1301)。

本文件代替 GB 34462—2017《饲料添加剂 氯化胆碱》，与 GB 34462—2017 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了范围中对载体和抗结块剂要求(见 2017 年版的第 1 章)；
- 增加了原料要求(见第 5 章)；
- 增加了离子色谱法(仲裁法)的定性、定量要求(见 8.4.1.6.2 和 8.4.1.6.3)及试验数据处理的单点校准计算公式(见 8.4.1.7)；
- 更改了离子色谱法(仲裁法)的精密度要求(见 8.1.4.8, 2017 年版的 4.4.2.1.5)；
- 增加了总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]测定中的试样制备(见 8.7.4.1)；
- 增加了细度的精密度要求(见 8.10.4)；
- 更改了重金属(以 Pb 计)的试验方法(见 8.11, 2017 年版的 4.11)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2017 年首次发布为 GB 34462—2017；
- 本次为第一次修订。

引 言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质,包括营养性饲料添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用,按照产品类型,GB 7300《饲料添加剂》分为以下 13 个部分:

- 第 1 部分:氨基酸、氨基酸盐及其类似物;
- 第 2 部分:维生素及类维生素;
- 第 3 部分:矿物元素及其络(螯)合物;
- 第 4 部分:酶制剂;
- 第 5 部分:微生物;
- 第 6 部分:非蛋白氮;
- 第 7 部分:抗氧化剂;
- 第 8 部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂;
- 第 9 部分:着色剂;
- 第 10 部分:调味和诱食物质;
- 第 11 部分:粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂;
- 第 12 部分:多糖和寡糖;
- 第 13 部分:其他。

本文件的产品氯化胆碱属于第 2 部分维生素及类维生素,因氯化胆碱是此大类第 6 个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.206 编号,作为 GB 7300 的第 206 部分。

饲料添加剂 第2部分：维生素及类维生素

氯化胆碱

1 范围

本文件给出了氯化胆碱的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂氯化胆碱的原料、技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以三甲胺盐酸盐水溶液与环氧乙烷反应生成的饲料添加剂氯化胆碱水剂和以氯化胆碱水剂为原料加入载体制成的饲料添加剂氯化胆碱粉剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 10648 饲料标签
- GB 13078 饲料卫生标准
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699 饲料 采样
- NY/T 4689 饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

4.1 化学名称

2-羟乙基三甲基氯化铵。

4.2 分子式

$C_5H_{14}ClNO$ 。

4.3 相对分子质量

139.65（按 2022 年国际相对原子质量）。



4.4 结构式

见图 1。

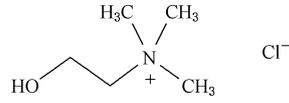


图 1 氯化胆碱的结构式

5 原料

饲料添加剂氯化胆碱粉剂使用的载体来源于《饲料原料目录》和《饲料添加剂品种目录》。饲料原料应符合 GB 13078 的要求。

6 技术要求

6.1 外观与性状

6.1.1 水剂

应为无色透明的黏性液体,具特异臭味。

6.1.2 粉剂

应为白色或黄褐色干燥的流动性粉末或颗粒,具有吸湿性,具有特异臭味。

6.2 鉴别

应符合水剂和粉剂试样鉴别反应的要求。

6.3 理化指标

应符合表 1 的要求。

表 1 理化指标

项目	指标					
	水剂		粉剂(植物源性载体或植物源性载体为主的混合载体)			粉剂(二氧化硅为载体)
	70%	75%	50%	60%	70%	50%
氯化胆碱(以 C ₅ H ₁₄ ClNO 计) ^a /%	≥70.0	≥75.0	≥50.0	≥60.0	≥70.0	≥50.0
pH	6.0~8.0		—			—
乙二醇/%	≤0.50		—			—
总游离胺/氨[以(CH ₃) ₃ N 计]/%	≤0.03		≤0.03			≤0.03
炽灼残渣/%	≤0.20		—			—
干燥失重/%	—		≤4.0			≤18.0
细度(850 μm 试验筛通过率)/%	—		≥90			≥90
注: %均为质量分数。						
^a 粉剂(植物源性载体或植物源性载体为主的混合载体)氯化胆碱含量以干基计。						

6.4 卫生指标

应符合表 2 的要求。

表 2 卫生指标

项目	指标					
	水剂		粉剂(植物源性载体或植物源性载体为主的混合载体)			粉剂(二氧化硅为载体)
	70%	75%	50%	60%	70%	50%
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤20		≤20			≤20
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	—		≤2			≤2
注：%均为质量分数。						

7 取样

按 GB/T 14699 的规定执行。

8 试验方法

警示——试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性和毒性,操作时须小心谨慎,并采取适当的安全和防护措施。

8.1 一般规定

除非另有说明,所用试剂均为分析纯试剂;所用标准滴定溶液应按照 GB/T 601 的规定制备和标定;色谱试验用水为 GB/T 6682 规定的一级水,其他试验用水均为 GB/T 6682 规定的三级水。

8.2 外观与性状

8.2.1 水剂

取适量水剂试样置于清洁、干燥的烧杯中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其味。

8.2.2 粉剂

取适量粉剂试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态,并嗅其味。

8.3 鉴别

8.3.1 试剂或材料

8.3.1.1 二氨基四硫代氰酸铬铵(雷氏盐)。

8.3.1.2 氢氧化钾。

8.3.1.3 高锰酸钾。

8.3.1.4 硝酸溶液:移取 10 mL 硝酸,加水至 100 mL,混匀。

8.3.1.5 硫酸溶液:移取 6 mL 硫酸,缓慢加入至约 94 mL 水中,边加边搅拌(避免剧烈放热),冷却、

混匀。

8.3.1.6 氨水溶液:移取氨水 10 mL,加水至 100 mL,混匀。

8.3.1.7 雷氏盐甲醇溶液:称取 2 g 雷氏盐(8.3.1.1),溶于 100 mL 甲醇,过滤。有效期为 48 h。

8.3.1.8 碘化汞钾溶液:称取 1.36 g 二氯化汞,加 60 mL 水溶解,另称取 5 g 碘化钾加 10 mL 水溶解,将两种溶液混合,加水稀释至 100 mL,混匀。

8.3.1.9 硝酸银溶液:称取硝酸银 1.7 g,加水溶解使成 100 mL,混匀。

8.3.1.10 红色石蕊试纸。

8.3.1.11 淀粉-碘化钾试纸。

8.3.2 仪器设备

分析天平:精度 0.01 g。

8.3.3 试验步骤

8.3.3.1 水剂

8.3.3.1.1 称取试样约 0.5 g,加 50 mL 水溶解,移取 5 mL 溶液,加 3 mL 雷氏盐甲醇溶液(8.3.1.7),有粉红色沉淀生成。

8.3.3.1.2 称取试样约 0.5 g,加 10 mL 水溶解,移取 5 mL 溶液,加 2 滴碘化汞钾溶液(8.3.1.8),有浅黄色沉淀生成。

8.3.3.1.3 称取试样约 0.5 g,加 5 mL 水溶解,移取 5 mL 溶液,加 2 g 氢氧化钾(8.3.1.2)、数粒高锰酸钾(8.3.1.3),加热时放出氨能使润湿的红色石蕊试纸(8.3.1.10)变蓝。

8.3.3.1.4 称取试样约 1 g 于试管中,加 10 mL 水溶解,加氨水溶液(8.3.1.6)2 滴使成碱性,分成两份。一份加硝酸溶液(8.3.1.4)2 滴使成酸性,加硝酸银溶液(8.3.1.9)2 滴产生白色凝乳状沉淀,分离出的沉淀能在 2 mL 氨水溶液(8.3.1.6)中溶解,再加硝酸溶液(8.3.1.4)10 滴~12 滴,沉淀又生成;另一份中加硫酸溶液(8.3.1.5)7 mL 使成酸性,加入高锰酸钾(8.3.1.3)约 0.8 g,加热放出氯气使润湿的淀粉-碘化钾试纸(8.3.1.11)显蓝色。

8.3.3.2 粉剂

称取试样约 5 g,加 50 mL 水溶解,过滤,取滤液分别按 8.3.3.1.1、8.3.3.1.2、8.3.3.1.3 和 8.3.3.1.4 执行。

8.4 氯化胆碱

8.4.1 离子色谱法(仲裁法)

8.4.1.1 原理

试样中的氯化胆碱用水提取,离子交换色谱柱分离,抑制型电导检测器检测,外标法定量。

8.4.1.2 试剂或材料

8.4.1.2.1 甲基磺酸:纯度大于或等于 99.5%。

8.4.1.2.2 甲基磺酸溶液:称取甲基磺酸(8.4.1.2.1)适量,加水溶解稀释成 18 mmol/L 溶液,混匀。

8.4.1.2.3 标准储备液(1 mg/mL):称取 0.1 g 已在(105±2)℃干燥 2 h 的氯化胆碱标准品(CAS: 67-48-1,纯度大于或等于 98.0%,精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解,用水稀释至刻度,混匀。2℃~8℃保存,有效期三个月。

8.4.1.2.4 标准系列溶液:准确量取适量体积的标准储备液(8.4.1.2.3),用水稀释、定容,混匀,配制成质量浓度分别为 $2\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $5\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $10\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $15\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $20\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $30\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列溶液。临用现配。

8.4.1.3 仪器设备

8.4.1.3.1 离子色谱仪:具弱酸型阳离子交换柱和带有连续自动再生膜阳离子抑制器的电导检测器。

8.4.1.3.2 分析天平:精度 $0.000\ \text{g}$ 。

8.4.1.3.3 电热干燥箱:控温精度 $\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 。

8.4.1.3.4 水浴摇床:控温精度 $\pm 1\ ^\circ\text{C}$ 。

8.4.1.4 试验步骤

8.4.1.4.1 水剂

平行做两份试验。称取试样 $0.7\ \text{g}$ (精确至 $0.000\ \text{g}$),置于 $250\ \text{mL}$ 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。准确移取 $1\ \text{mL}$ 上述溶液于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

8.4.1.4.2 粉剂

平行做两份试验。植物源性载体或以植物源性载体为主的混合载体粉剂称取经 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥 $2\ \text{h}$ 的试样 $1\ \text{g}$;二氧化硅载体粉剂直接称取试样 $1\ \text{g}$ (精确至 $0.000\ \text{g}$),置于 $250\ \text{mL}$ 容量瓶中,加约 $200\ \text{mL}$ 水,摇匀,在 $(70\pm 3)^\circ\text{C}$ 水浴摇床上振荡 $15\ \text{min}$,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀后,用干燥的滤纸和漏斗过滤。准确移取 $1\ \text{mL}$ 滤液于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

8.4.1.5 离子色谱参考条件

离子色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:羧基/膦酸基弱酸型阳离子交换柱,柱长 $250\ \text{mm}$,内径 $4\ \text{mm}$,粒径 $8.5\ \mu\text{m}$,或性能相当者;
- b) 保护柱:羧基/膦酸基弱酸型阳离子交换柱,柱长 $50\ \text{mm}$,内径 $4\ \text{mm}$,粒径 $8.5\ \mu\text{m}$,或性能相当者;
- c) 流动相:甲基磺酸溶液(8.4.1.2.2);
- d) 流速: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$;
- e) 柱温: $30\ ^\circ\text{C}$;
- f) 抑制器:连续电化学自动再生膜阳离子抑制器,或性能相当膜型阳离子抑制器;
- g) 检测器:电导检测器;
- h) 进样体积: $25\ \mu\text{L}$ 。

8.4.1.6 测定

8.4.1.6.1 标准系列溶液和试样溶液

在仪器最佳条件下,分别取标准系列溶液(8.4.1.2.4)和试样溶液(8.4.1.4.1 和 8.4.1.4.2)上机测定。氯化胆碱标准溶液的离子色谱图见附录 A。

8.4.1.6.2 定性

以保留时间定性。在相同试验条件下,试样溶液中氯化胆碱的保留时间应与质量浓度相近的标准系列溶液中氯化胆碱的保留时间一致,其相对偏差应在 $\pm 2.5\%$ 以内。

8.4.1.6.3 定量

以标准系列溶液中氯化胆碱的质量浓度为横坐标,色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其相关系数应不低于 0.99。试样溶液中氯化胆碱的响应值均应在仪器检测的线性范围内。如超出线性范围,用水稀释后重新测定。单点校准定量时,试样溶液中氯化胆碱的质量浓度与标准溶液中氯化胆碱的质量浓度相差不应超过 30%。

8.4.1.7 试验数据处理

试样中氯化胆碱(以 $C_5H_{14}ClNO$ 计)的含量以质量分数 ω_1 计,数值以 % 表示,多点校准按公式(1)计算,单点校准按公式(2)计算:

$$\omega_1 = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times f}{m_1 \times V_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ ——由标准曲线查得的试样溶液中氯化胆碱的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_1 ——试样定容的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——试样溶液最终定容的体积,单位为毫升(mL);
- f ——试样溶液中氯化胆碱的质量浓度超出线性范围后,稀释的倍数;
- m_1 ——试样的质量,单位为克(g);
- V_2 ——试样溶液移取的体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——换算系数。

$$\omega_1 = \frac{A \times \rho_s \times V_1 \times V_3 \times f}{A_s \times V_2 \times m_1 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- A ——试样溶液的氯化胆碱色谱峰面积;
- ρ_s ——标准溶液中氯化胆碱的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_1 ——试样定容的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——试样溶液最终定容的体积,单位为毫升(mL);
- f ——试样溶液的稀释倍数;
- A_s ——标准溶液的氯化胆碱色谱峰面积;
- V_2 ——试样溶液移取的体积,单位为毫升(mL);
- m_1 ——试样的质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后一位。

8.4.1.8 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不大于 2.0%。

8.4.2 雷氏盐重量法

8.4.2.1 原理

试样中的氯化胆碱用水提取,与雷氏盐反应形成晶状沉淀,用重量法测定氯化胆碱含量。

8.4.2.2 试剂或材料

8.4.2.2.1 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 40 g,加水溶解使成 100 mL,混匀。

8.4.2.2.2 盐酸溶液:移取 20 mL 盐酸,加水至 100 mL,混匀。

8.4.2.2.3 雷氏盐甲醇溶液:称取 2 g 雷氏盐(8.3.1.1),溶于 100 mL 甲醇,过滤。有效期为 48 h。

8.4.2.2.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:称取甲基红 0.2 g,加乙醇溶解并稀释至 100 mL;另称取亚甲基蓝 0.1 g,加乙醇溶解并稀释至 100 mL。临用前取二者等量混合,混匀。

8.4.2.3 仪器设备

8.4.2.3.1 分析天平:精度 0.000 1 g。

8.4.2.3.2 电热干燥箱:控温精度 ± 2 °C。

8.4.2.3.3 水浴摇床:控温精度 ± 1 °C。

8.4.2.3.4 玻璃砂芯坩埚:滤板孔径 4 μm ~7 μm 。

8.4.2.4 试验步骤

8.4.2.4.1 水剂

平行做两份试验。称取试样 0.7 g(精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容,摇匀。准确移取 10 mL 于 100 mL 烧杯中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液(8.4.2.2.1),混匀,加 1 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(8.4.2.2.4),用盐酸溶液(8.4.2.2.2)调至紫红色,于冰水浴中冷却至 5 °C 以下,在冰水浴状态下,边搅拌边缓慢滴加入 15 mL 雷氏盐甲醇溶液(8.4.2.2.3),继续搅拌反应 30 min,再静置陈化 30 min。将沉淀全部转移到预先已于(105 \pm 2)°C 下干燥至质量恒重的玻璃砂芯坩埚中,减压抽滤,用水洗涤沉淀 3 次~4 次,每次用水约 10 mL。将盛有沉淀物的玻璃砂芯坩埚转移至(105 \pm 2)°C 电热干燥箱内,干燥 2 h,取出,置于干燥器内冷却至室温,称重。同时做空白试验。

8.4.2.4.2 粉剂

平行做两份试验。植物源性载体或以植物源性载体为主的混合载体粉剂称取经(105 \pm 2)°C 干燥 2 h 的试样 1 g,二氧化硅载体粉剂直接称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 具塞三角瓶,加水 70 mL,摇匀,在约 70 °C 水浴摇床振荡 15 min,将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用干燥的滤纸和漏斗过滤,弃去初滤液,准确移取续滤液 25 mL,于 100 mL 烧杯中,加 3 mL 氢氧化钠溶液(8.4.2.2.1),盖上表面皿,在电炉上加热煮沸 5 min,冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 1 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(8.4.2.2.4)。自“用盐酸溶液(8.4.2.2.2)调至紫红色”起,按 8.4.2.4.1 操作。

8.4.2.5 试验数据处理

试样中氯化胆碱(以 $\text{C}_5\text{H}_{14}\text{ClNO}$ 计)的含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{[(m_3 - m_4) - (m_5 - m_6)] \times V_4 \times 0.330\ 45}{m_2 \times V_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_3 —— 试样试验用玻璃砂芯坩埚和沉淀的总质量,单位为克(g);

m_4 —— 试样试验用空玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_5 —— 空白试验用玻璃砂芯坩埚和沉淀的总质量,单位为克(g);

m_6 —— 空白试验用空玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

V_4 —— 试样定容的体积,单位为毫升(mL);

0.330 45 —— 氯化胆碱摩尔质量与雷氏盐-氯化胆碱沉淀产物摩尔质量的比值;

m_2 —— 试样的质量,单位为克(g);

V_5 —— 试样溶液移取的体积,单位为毫升(mL)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后一位。

8.4.2.6 精密度

在重复性条件下,水剂两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%;粉剂两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.8%。

8.5 pH

平行做两份试验。取水剂试样约 50 mL 直接测定,测定方法按 GB/T 9724 的规定执行。

8.6 乙二醇

8.6.1 原理

试样中的乙二醇经高碘酸盐氧化,生成的碘酸盐及过量的高碘酸盐与碘化钾反应,释放出碘。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定碘。乙二醇含量由空白试验和试样试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的差值求得。

8.6.2 试剂或材料

8.6.2.1 碘化钾。

8.6.2.2 硫酸溶液:移取 1 mL 硫酸,缓慢加入约 20 mL 水中,边加边搅拌(避免剧烈放热),冷却、混匀。

8.6.2.3 高碘酸盐溶液:称取高碘酸钠或高碘酸钾 4 g,加水溶解使成 1 000 mL,混匀。

8.6.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

8.6.2.5 淀粉指示液:称取可溶性淀粉 0.5 g,加水少许使溶解,缓缓倾入 100 mL 沸水中,随加随搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,取上层上清液,即得。临用现配。

8.6.3 仪器设备

8.6.3.1 分析天平:精度 0.000 1 g。

8.6.3.2 酸式滴定管:50 mL,A 级。

8.6.4 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 4.5 g(若试样中乙二醇含量低,可酌情增加,精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 碘量瓶中,准确加入 25 mL 高碘酸盐溶液(8.6.2.3),加 25 mL 硫酸溶液(8.6.2.2),于暗处室温放置 30 min。加 50 mL 水,2 g 碘化钾(8.6.2.1),摇匀,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(8.6.2.4)滴定至溶液呈浅黄色,加入 1 mL 淀粉指示液(8.6.2.5),继续滴定至溶液无色为终点。同时做空白试验。

8.6.5 试验数据处理

试样中乙二醇的含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(V_6 - V_7) \times c \times M}{m_7 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V_6 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_7 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——乙二醇 $\{1/2[\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2]\}$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M=31.04$];



m_7 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000 ——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至两位有效数字。

8.6.6 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

8.7 总游离胺/氨[以(CH₃)₃N计]

8.7.1 原理

试样中游离铵盐、三甲胺等经碱化蒸馏使氨逸出,用过量的硼酸溶液吸收后,以甲基红-溴甲酚绿混合指示液为指示剂,用盐酸或硫酸标准滴定溶液反滴定,计算总游离胺/氨的含量。

8.7.2 试剂或材料

8.7.2.1 硼酸溶液:称取硼酸 10 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀。

8.7.2.2 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 40 g,加水溶解使成 100 mL,摇匀。

8.7.2.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

8.7.2.4 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.005 \text{ mol/L}$ 。按照 GB/T 601 制备和标定。

8.7.2.5 甲基红-溴甲酚绿混合指示液:称取甲基红 0.2 g,加乙醇溶解并稀释成 100 mL;称取溴甲酚绿 0.1 g,加乙醇溶解并稀释成 100 mL;将二者混合,摇匀,即得。

8.7.3 仪器设备

8.7.3.1 分析天平:精度 0.01 g。

8.7.3.2 凯氏蒸馏装置。

8.7.4 试验步骤

8.7.4.1 试样制备

8.7.4.1.1 粉剂

平行做两份试验。称取试样 10 g(植物源性载体或以植物源性载体为主的混合载体、二氧化硅为载体,精确至 0.01 g),置于具塞三角瓶中,准确加入 100 mL 水,充分混摇,滤过。准确移取 50 mL 滤液加入凯氏消煮管中,加水 20 mL,摇匀。

8.7.4.1.2 水剂

平行做两份试验。称取试样 10 g(精确至 0.01 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,充分摇匀,静置。准确移取 50 mL 上述溶液加入凯氏消煮管中,加水 20 mL,摇匀。

8.7.4.2 测定

移取 25 mL 硼酸溶液(8.7.2.1),置于接收瓶中,加入 5 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示液(8.7.2.5),将冷凝管插入装有吸收液的接收瓶内,末端浸入液面以下,向凯氏消煮管中加入 5 mL 氢氧化钠溶液(8.7.2.2)进行蒸馏,蒸馏时间以吸收液体积达到约 100 mL 为宜,冷凝管末端移出液面,继续加热 1 min~2 min,移去热源,用水冲洗冷凝管末端,洗涤液收集在接收瓶中,用盐酸标准滴定溶液(8.7.2.3)或者硫酸标准滴定溶液(8.7.2.4)滴定吸收液,溶液颜色由蓝绿色变成灰红色为终点。同时做空白试验。

也可用蒸馏仪器进行操作。

8.7.5 试验数据处理

试样中总游离胺/氨[以(CH₃)₃N计]的含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(V_8 - V_9) \times c \times 59.1 \times V_{10}}{m_8 \times V_{11} \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- V_8 —— 试样消耗盐酸标准滴定溶液或者硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_9 —— 空白消耗盐酸标准滴定溶液或者硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c —— 盐酸标准滴定溶液或者硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 59.1 —— 三甲胺摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_{10} —— 准确加入 8.7.4.1.1 中水的体积或 8.7.4.1.2 中定容的体积,单位为毫升(mL);
- m_8 —— 试样的质量,单位为克(g);
- V_{11} —— 准确移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 —— 换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

8.7.6 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

8.8 炽灼残渣

8.8.1 试剂或材料

8.8.1.1 硫酸。

8.8.1.2 盐酸溶液:量取 50 mL 盐酸,加 50 mL 水,摇匀。

8.8.2 仪器设备

8.8.2.1 分析天平:精度 0.000 1 g。

8.8.2.2 马弗炉:控制温度精度 ± 25 °C。

8.8.2.3 瓷坩埚:用盐酸溶液浸泡瓷坩埚 24 h,洗净烘干。

8.8.2.4 干燥器。

8.8.3 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 2 g(精确至 0.000 1 g),置于已在(800 \pm 25)°C 炽灼至恒重的瓷坩埚(连续两次炽灼后质量的差异在 0.3 mg 以下)中,在电炉上缓缓加热至完全炭化,冷却至室温,加 0.5 mL 硫酸(8.8.1.1),低温加热至硫酸蒸气完全逸出。然后将瓷坩埚移入马弗炉中,在(800 \pm 25)°C 下炽灼 1 h,取出,置于干燥器内冷却至室温,称量,再炽灼 30 min,至恒重(连续两次炽灼后质量的差异在 0.3 mg 以下)后称量。

8.8.4 试验数据处理

试样的炽灼残渣以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_{11}} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中：

m_9 —— 炽灼至恒重后瓷坩埚与残渣的总质量，单位为克(g)；

m_{10} —— 炽灼至恒重瓷坩埚的质量，单位为克(g)；

m_{11} —— 试样的质量，单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后两位。

8.8.5 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

8.9 干燥失重

8.9.1 仪器设备

8.9.1.1 分析天平：精度 0.000 1 g。

8.9.1.2 电热干燥箱：控温精度 ± 2 °C。

8.9.1.3 称量瓶。

8.9.1.4 干燥器。

8.9.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 4 g(精确至 0.000 1 g)，置于已在 (105 ± 2) °C 干燥至恒重的称量瓶(连续两次干燥后质量的差异在 0.3 mg 以下)中，在 (105 ± 2) °C 电热干燥箱中干燥 2 h，取出，置于干燥器内冷却至室温，恒重(连续两次干燥后质量的差异在 0.3 mg 以下)后称量。

8.9.3 试验数据处理

试样的干燥失重以质量分数 w_6 计，数值以 % 表示，按公式(7)计算：

$$w_6 = \frac{(m_{13} + m_{12}) - m_{14}}{m_{12}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

m_{13} —— 干燥至恒重后称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_{12} —— 试样的质量，单位为克(g)；

m_{14} —— 干燥至恒重后称量瓶与试样的总质量，单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

8.9.4 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

8.10 细度

8.10.1 仪器设备

8.10.1.1 分析天平：精度 0.01 g。

8.10.1.2 试验筛：筛孔直径 850 μm 。

8.10.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 20 g(精确至 0.01 g)，置于干燥的试验筛中筛分，称量通过试验筛的筛下物的质量。

8.10.3 试验数据处理

试样的细度以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_7 = \frac{m_{15}}{m_{16}} \times 100 \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_{15} ——试样通过试验筛的筛下物的质量,单位为克(g);

m_{16} ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至个位。

8.10.4 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于其算术平均值的 2%。

8.11 重金属(以 Pb 计)

按 NY/T 4689 的规定执行。

8.12 总砷(以 As 计)

按 GB/T 13079 的规定执行。

9 检验规则

9.1 组批

以相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批,但每一组批产品不应超过 1 000 t。

9.2 出厂检验

9.2.1 水剂

出厂检验项目为外观与性状、氯化胆碱(以 $C_5H_{14}ClNO$ 计)、pH、总游离胺/氨[以 $(CH_3)_3N$ 计]。

9.2.2 粉剂

出厂检验项目为外观与性状、氯化胆碱(以 $C_5H_{14}ClNO$ 计)、总游离胺/氨[以 $(CH_3)_3N$ 计]、干燥失重。

9.3 型式检验

型式检验项目为第 6 章规定的所有项目。在正常生产情况下,每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 产品定型投产时;
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产 3 个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

9.4 判定规则

9.4.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

9.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时,可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若复检有一项结果不符合本文件规定,即判定该批产品不合格。

9.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

10 标签、包装、运输、贮存和保质期

10.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

10.2 包装

包装材料应清洁、卫生,并应防污染、防泄漏。

10.3 运输

在运输过程中应防潮、防止包装破损,搬运装卸时应小心轻放,不应与有毒有害物质混运。

10.4 贮存

应防止日晒、雨淋,不应与有毒有害物质混贮。

10.5 保质期

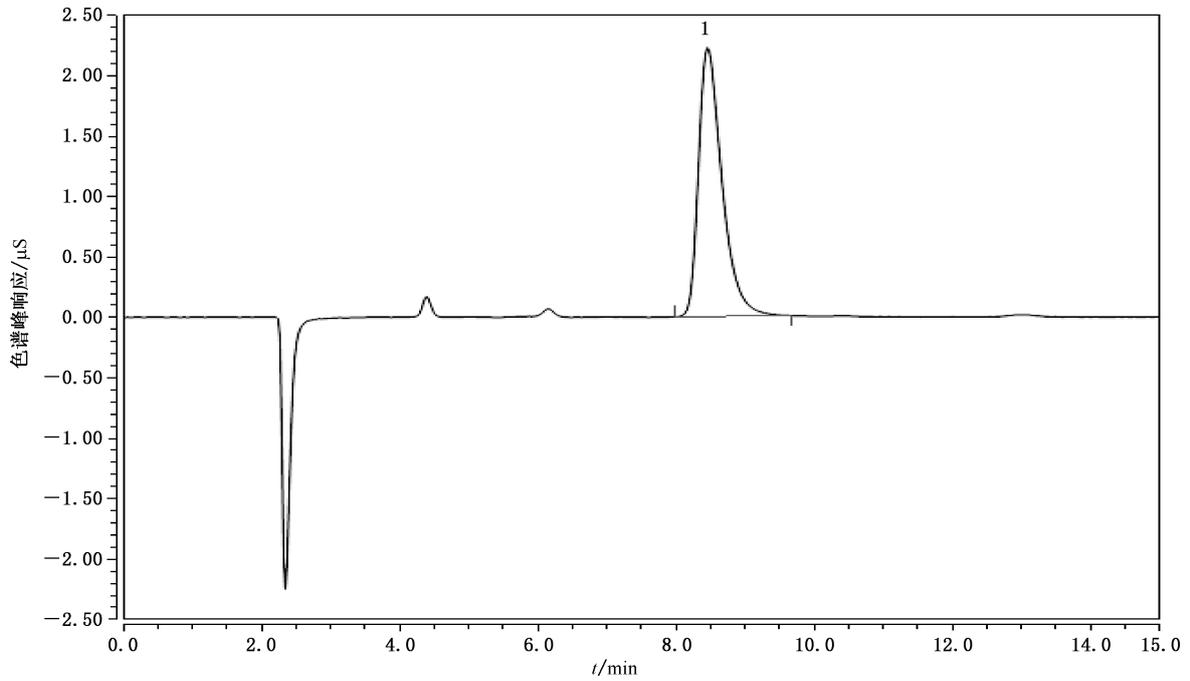
在规定的包装、运输、贮存条件下,未开启包装的产品,产品保质期应与标签标明的保质期一致。

附录 A

(资料性)

氯化胆碱标准溶液的离子色谱图

氯化胆碱标准溶液的离子色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

1——氯化胆碱。

图 A.1 氯化胆碱标准溶液(10 μg/mL)的离子色谱图

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国农业农村部. 饲料原料目录.
 - [2] 中华人民共和国农业农村部. 饲料添加剂品种目录.
-

