

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 7299—2006
代替 GB 7299—1987

饲料添加剂 D-泛酸钙

Feed additive—Dextro calcium pantothenate

2006-12-20 发布

2007-03-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准是 GB 7299—1987《饲料添加剂 D-泛酸钙》的修订版。

本标准与 GB 7299—1987 的主要差异如下：

- 原标准范围中适用化学合成法，本标准改为合成法，并补充了化学名称；
- 补充了规范性引用文件；
- 修改了性状的描述；
- 补充了泛酸钙含量和甲醇含量两个技术指标；
- 比旋度由 $+24^{\circ}\sim+28.5^{\circ}$ 改为 $+25.0^{\circ}\sim+28.5^{\circ}$ ；
- 鉴别项中补充了红外分光光度法；
- 补充了 D-泛酸钙含量测定高氯酸滴定法为第一测定法、高效液相色谱法作为第二测定方法；
- 钙测定改为《中华人民共和国药典》2005 年版二部中泛酸钙的测定方法；
- 重金属的测定方法改为《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录Ⅷ 重金属检查法第一法；
- 水分测定改为按 GB/T 6435 进行；
- 出厂检验氮含量和泛酸钙含量两者可取其一；
- 保质期改为 24 个月。

本标准自实施之日起同时代替 GB 7299—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、国家饲料质量监督检验中心（北京）和浙江杭州鑫富药业股份有限公司。

本标准主要起草人：施杏芬、张苏、王静静、张志健、马冬霞、金海丽、陆春波、殷杭华。

饲料添加剂 D-泛酸钙

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 D-泛酸钙产品的质量要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输和贮存、保质期。

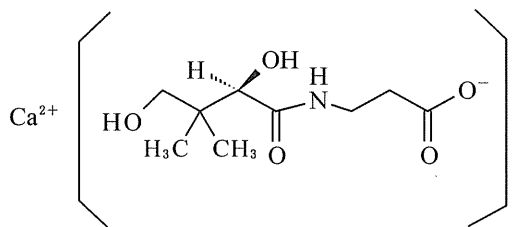
本标准适用于合成法制得的 D-泛酸钙。该产品在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

化学名称: (R)-N-(3,3-二甲基-2,4-二羟基-1-氧代丁基)-3-丙氨酸钙盐

分子式: $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$

相对分子质量: 476.54 (按 2001 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6435 饲料水分的测定方法

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

GB 10648 饲料标签

《中华人民共和国药典》2005 年版二部

3 要求

3.1 性状

本品为白色至类白色粉末,无臭,味微苦,有引湿性。水溶液显中性或弱碱性,在水中易溶,在乙醇中极微溶解,在三氯甲烷或乙醚中几乎不溶。

3.2 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
泛酸钙($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$,以干燥品计)/(%)	98.0~101.0
钙含量(Ca,以干燥品计)/(%)	8.2~8.6
氮含量(以干燥品计)/(%)	5.7~6.0
比旋度 $[\alpha]_D^{20}$,以干燥品计)	+25.0°~+28.5°
重金属(以Pb计)/(%)	≤ 0.002
干燥失重/(%)	≤ 5.0
甲醇/(%)	≤ 0.3

4 试验方法

4.1 试剂和溶液

本标准所用试剂和水,在未注明其要求时,均为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。色谱分析中所用试剂为色谱纯,试验用水符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。

4.1.2 硫酸铜溶液:125 g/L。

4.1.3 酚酞指示液,按照 GB/T 603 的规定制备。

4.1.4 盐酸溶液: $c(HCl)=1\text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 的规定制备。

4.1.5 三氯化铁溶液:90 g/L。

4.1.6 草酸铵溶液:35 g/L。

4.1.7 冰乙酸。

4.1.8 盐酸。

注意:盐酸为挥发性溶液,具腐蚀性,操作者需戴手套,在通风柜里进行操作。

4.1.9 钙紫红素指示剂,按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 IV 指示剂与指示液配置。

4.1.10 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(EDTA): $c(EDTA)=0.05\text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 的规定制备、标定。

4.1.11 硫酸钾(或无水硫酸钠)。

4.1.12 硫酸铜粉末。

4.1.13 硫酸。

注意:硫酸为强腐蚀性溶液,操作者需戴眼镜、手套,以防灼伤。

4.1.14 氢氧化钠溶液:400 g/L。

注意:氢氧化钠为强腐蚀性溶液,操作者需戴眼镜、手套,以防灼伤。

4.1.15 锌粒。

4.1.16 硼酸溶液:20 g/L。

4.1.17 乙醇(体积分数为95%)。

4.1.18 甲基红乙醇溶液:称取甲基红 0.1 g,加乙醇(4.1.17)100 mL 溶解。

4.1.19 溴甲酚绿乙醇溶液:称取溴甲酚绿 0.2 g,加乙醇(4.1.17)100 mL 溶解。

4.1.20 甲基红-溴甲酚绿混合指示液:取甲基红乙醇溶液(4.1.18)20 mL,加溴甲酚绿乙醇溶液(4.1.19)30 mL,摇匀。

4.1.21 硫酸标准滴定溶液: $c(H_2SO_4)=0.05\text{ mol/L}$ 。按《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 IV 滴定液的规定制备、标定。

- 4.1.22 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 的规定制备、标定。
- 4.1.23 乙酸酐。
- 4.1.24 甲醇(色谱级)。
- 4.1.25 磷酸(优级纯)。
- 4.1.26 磷酸溶液：取磷酸(4.1.25)1 mL 于 1 000 mL 容量瓶中，用超纯水定容，摇匀。
- 4.1.27 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 的规定制备。
- 4.1.28 磷酸缓冲溶液：称取 3.12 g 二水磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 1 000 mL 容量瓶中，用超纯水溶解并定容，用氢氧化钠溶液(4.1.27)调节 pH 至 5.5，该溶液通过 0.45 μm 滤膜(4.1.30)，超声脱气，备用。
- 4.1.29 D-泛酸钙标准品(Fluka)：含量 $\geq 99.0\%$ 。
- 4.1.30 滤膜：0.45 μm ，水系。

4.2 仪器和设备

实验室常用仪器和设备以及以下设备。

- 4.2.1 分析天平(精确至 0.1 mg)。
- 4.2.2 全自动电位滴定仪。
- 4.2.3 红外分光光度计。
- 4.2.4 气相色谱仪(配 FID)。
- 4.2.5 高效液相色谱仪(带紫外检测器)。

4.3 鉴别

- 4.3.1 称取试样约 50 mg，加氢氧化钠溶液(4.1.1)5 mL，振摇，加硫酸铜溶液(4.1.2)2 滴，即显蓝紫色。
- 4.3.2 称取试样约 50 mg，加氢氧化钠溶液(4.1.1)5 mL，振摇，煮沸 1 min，放冷，加酚酞指示液(4.1.3)1 滴，加盐酸溶液(4.1.4)至溶液褪色，再加 0.5 mL 盐酸溶液(4.1.4)，加三氯化铁溶液(4.1.5)2 滴，即显鲜明的黄色。
- 4.3.3 本品的水溶液显钙盐的鉴别反应：称取试样 0.5 g，加水 5 mL 溶解，加草酸铵溶液(4.1.6)，即发生白色沉淀；分离，所得沉淀不溶于冰乙酸(4.1.7)，但溶于盐酸(4.1.8)。
- 4.3.4 红外鉴别：按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 IV 红外分光光度法，利用溴化钾压片法，试料的红外光吸收图谱与对照的图谱一致(光谱集 208 图)。

4.4 D-泛酸钙含量测定方法

4.4.1 高氯酸全自动电位滴定法(第一法：仲裁法)

4.4.1.1 测定方法

精密称取试样约 180 mg~200 mg(精确至 0.000 02 g)，加入大约 50 mL 冰乙酸(4.1.7)溶解，加 3 mL 乙酸酐(4.1.23)，用高氯酸(组合的玻璃电极)标准滴定溶液(4.1.22)滴定，采用全自动电位滴定仪测定。

若滴定试料与标定高氯酸标准滴定溶液时的温度差超过 10℃ 时，则应重新标定；若未超过 10℃，则可将高氯酸标准滴定溶液的浓度加以校正(见 GB/T 601 的修正方法)。

4.4.1.2 计算和结果的表示

D-泛酸钙含量 X_1 (按干燥品计，以质量分数表示，数值以%计)，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{V_1 \times c_1 \times 238.27}{m_1 \times 1\,000 \times (1 - X_5)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——试料溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c_1 ——高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

GB/T 7299—2006

238.27——D-泛酸钙的摩尔质量, $M(1/2C_{18}H_{32}CaN_2O_{10})=238.27$, 单位为克每摩尔(g/mol);

X_5 ——试料干燥失重, 质量分数(%);

m_1 ——试料质量, 单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.4.1.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果相对偏差小于等于0.5%。

4.4.2 高效液相色谱法(第二法)

4.4.2.1 试样溶液的制备

精密称取 D-泛酸钙试样约 200 mg(精确至 0.000 02 g), 置 100 mL 容量瓶中, 加磷酸溶液(4.1.26)溶解并稀释定容, 摇匀。取上述溶液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用超纯水稀释定容, 摇匀, 过滤膜(4.1.30), 上机测定。

4.4.2.2 标准溶液的制备

精密称取 D-泛酸钙标准品(4.1.29)约 200 mg(精确至 0.000 02 g), 按 4.4.2.1 同样处理。

4.4.2.3 测定

4.4.2.3.1 色谱条件

色谱柱: 内径 4.6 mm, 柱长 150 mm, 填料为 C_{18} , 粒径为 5 μ m 的不锈钢柱, 或相当者;

流动相: 磷酸缓冲溶液(4.1.28);

流速: 1.0 mL/min;

检测波长: 200 nm;

进样量: 20 μ L;

柱温: 30℃。

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试料溶液进行进样检测, 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

D-泛酸钙含量 X_2 (按干燥品计, 以质量分数表示, 数值以%计), 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A_2 \times c_2 \times n_1}{A_1 \times m_2 \times (1 - X_5) \times 1\,000\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_1 ——标准溶液的峰面积;

A_2 ——试料溶液的峰面积;

c_2 ——标准溶液的浓度, 单位为微克每毫升(μ g/mL);

n_1 ——稀释倍数;

X_5 ——试料干燥失重, 质量分数(%);

m_2 ——试料质量, 单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果相对偏差小于等于5%。

4.5 钙含量

4.5.1 含量测定方法

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g), 加水 100 mL 溶解后; 加氢氧化钠溶液(4.1.1)15 mL 与钙紫红素指示剂(4.1.9)约 0.1 g, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.1.10)滴定, 至溶液自紫红色转变为纯蓝色。

4.5.2 计算和结果的表示

钙含量 X_3 (按干燥品计,以质量分数表示,数值以%计),按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{V_2 \times c_3 \times 40.08}{m_3 \times 1\,000 \times (1 - X_5)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_2 ——试料溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_3 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

40.08——钙的摩尔质量, $M(\text{Ca}) = 40.08$, 单位为克每摩尔(g/mol);

X_5 ——试料干燥失重,质量分数(%);

m_3 ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.5.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果相对偏差小于等于0.6%。

4.6 氮含量

4.6.1 氮含量测定方法

4.6.1.1 称取试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g),用滤纸将样品包好置于干燥的 500 mL 凯氏烧瓶中,然后各依次加入硫酸钾(或无水硫酸钠)(4.1.11)10 g,硫酸铜粉末(4.1.12)0.5 g,再沿瓶壁缓缓加入硫酸(4.1.13)20 mL,在凯氏烧瓶口放一小漏斗并使烧瓶呈 45°斜置,用直火缓缓加热,使溶液的温度保持在沸点以下,等泡沸停止,强热至沸腾,待溶液呈澄明的绿色后,继续加热 30 min,放冷,沿瓶壁缓缓加水 250 mL,振摇使混合,放冷后,加氢氧化钠溶液(4.1.14)75 mL,注意使沿瓶壁流至瓶底。自成一液层,加锌粒(4.1.15)数粒,用氮气球将凯氏烧瓶与冷凝管连接,取硼酸溶液(4.1.16)50 mL,置 500 mL 锥形瓶中,加甲基红-溴甲酚绿混合指示液(4.1.20)10 滴,将冷凝管的一端浸入硼酸溶液(4.1.16)的液面下,加热蒸馏,至接受液的总体积约为 250 mL 时,将冷凝管尖端提出液面,使蒸气冲洗约 1min,用水淋洗尖端后停止蒸馏,馏出液用硫酸标准滴定溶液(4.1.21)滴定至溶液由蓝绿色变为灰紫色,并将滴定结果用空白试验校正。

4.6.1.2 采用定氮仪时按仪器本身常量程序进行测定。

4.6.2 计算和结果的表示

氮含量 X_4 (按干燥品计,以质量分数表示,数值以%计),按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_3 - V_4) \times c_4 \times 14.01 \times 2}{m_4 \times 1\,000 \times (1 - X_5)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V_3 ——试料溶液消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_4 ——硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

14.01——氮的摩尔质量, $M(\text{N}) = 14.01$, 单位为克每摩尔(g/mol);

X_5 ——试料干燥失重,质量分数(%);

m_4 ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.6.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果相对偏差小于等于2%。

4.7 比旋度的测定

称取未经干燥的试样约 2.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,制成每 1 mL 含 50 mg 试样的溶液。按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 VI 旋光度的测定。

GB/T 7299—2006

4.8 重金属

称取试样约 1 g(精确至 0.1 g),置于 50 mL 纳氏比色管(乙管)中,加水适量使溶解,加盐酸溶液(4.1.4)1 mL,加水稀释至 25 mL。按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录Ⅷ 重金属检查法第一法测定。

4.9 干燥失重

称取试样 1 g(精确至 0.000 2 g),置于已在 105℃ 烘箱中干燥至恒量的称量瓶中,按 GB/T 6435 的方法进行测定。

4.10 甲醇含量

4.10.1 测定方法

4.10.1.1 标准溶液的制备

精密称取甲醇(4.1.24)约 0.5 g(精确至 0.000 2 g)到 100 mL 的容量瓶中,加水定容至刻度(此为 A 溶液)。

4.10.1.2 试样处理

精确称取 D-泛酸钙样约 25 g~30 g(精确至 0.02 g),用 120 mL 水溶解后转移至蒸馏烧瓶中,搭好蒸馏装置,用 100 mL 量筒作接受器,然后蒸出 80 mL 甲醇水溶液(注意:防止甲醇开始蒸出时的挥发),用无甲醇水定容至 100 mL (B 溶液)。

4.10.2 测定

4.10.2.1 气相色谱条件

色谱柱:不锈钢柱 3 m×3 mm;

固定相:硅藻土白色担体;

固定液:质量浓度为 10% 的聚乙二醇(PEG)20 M;

柱温:50℃~150℃;

柱温按以下步骤调控:先保持 50℃ 1 min,然后以每分钟增加 10℃ 的频率渐增到 150℃;

气化室温度:180℃;

检测室温度:180℃;

进样量:1 μL。

4.10.2.2 上机测定

在给定的条件下调整好仪器,待基线稳定后,用微量玻璃注射器分别进样 A 溶液和 B 溶液,利用色谱工作站测得组分的峰面积,用外标法计算待测组分的含量。

4.10.3 计算和结果的表示

甲醇含量 X_6 (以质量分数表示,数值以%计),按式(5)计算:

$$X_6 = \frac{A_3 \times m_5}{A_4 \times m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

A_3 ——试料溶液的峰面积;

A_4 ——标准溶液的峰面积;

m_5 ——标准品质量,单位为克(g);

m_6 ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.10.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果相对偏差小于等于 15%。

5 检验规则

5.1 饲料添加剂 D-泛酸钙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

GB/T 7299—2006

出厂检验项目,氮含量和泛酸钙含量检验两者可取其一,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:采样需备有清洁、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、运输和贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

6.2 包装

本品装入适当的包装容器内,密封。每件包装量可根据用户的要求而定。包装应符合运输和贮存的规定。

6.3 运输

本产品运输过程中应避免日晒雨淋、受潮,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

本品应密封贮存,防止日晒、雨淋、受潮,严禁与有毒有害的物品混贮。

7 保质期

本产品在规定的贮存条件下,保质期为24个月(开封后应尽快使用,以免变质)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料添加剂 D-泛酸钙
GB/T 7299—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

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

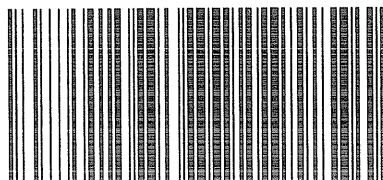
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2007年4月第一版 2007年4月第一次印刷

*

书号:155066·1-29208 定价 14.00 元

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



GB/T 7299—2006