



# 中华人民共和国国家标准

GB 7294—2017  
代替 GB/T 7294—2009

## 饲料添加剂 亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K<sub>3</sub>)

Feed additive—Menadione sodium bisulfite (vitamin K<sub>3</sub>)

2017-10-14 发布

2018-05-01 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

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余内容为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7294—2009《饲料添加剂 亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K<sub>3</sub>)》。

本标准与 GB/T 7294—2009 相比,主要差异如下:

- 规范结构式书写;
- 含量测定方法中删除了脱脂棉过滤步骤,计算和结果的表示中“绝对差值”改为“相对偏差”;
- 技术指标中,“砷盐”限量由 0.000 5%调整为 2 mg/kg;
- 修订了砷测定方法;
- 增加了附录 A(资料性附录)。

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:浙江省兽药饲料监察所、兄弟科技股份有限公司。

本标准主要起草人:朱聪英、任玉琴、施杏芬、吴望君、周丰超、吕伟军、魏正义、蒋凯、陈伟良、黄娟、裘丞军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 7294—1987、GB/T 7294—2006、GB/T 7294—2009。

## 饲料添加剂 亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K<sub>3</sub>)

### 1 范围

本标准规定了饲料添加剂亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K<sub>3</sub>)产品的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

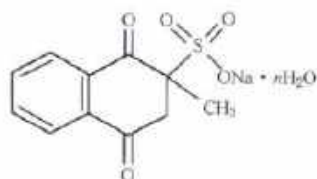
本标准适用于以化学合成法制得的含 1 个~3 个结晶水的饲料添加剂亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K<sub>3</sub>)。

化学名称:2-甲基-1,4-二氧-1,2,3,4-四氢-萘-2-磺酸钠水合物

分子式: $C_{11}H_9NaO_5S \cdot nH_2O$

相对分子质量:294.26( $n=1$ ),312.27( $n=2$ ),330.29( $n=3$ )(按 2007 年国际相对原子质量)

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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13088 饲料中铬的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 21781 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

### 3 要求

#### 3.1 外观和性状

本品为白色结晶性粉末,无臭或微有特殊臭味,有吸湿性,遇光易分解。本品在水中易溶,在乙醇、乙醚或苯中几乎不溶。

#### 3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

| 项 目                 | 指 标             |
|---------------------|-----------------|
| 亚硫酸氢钠甲萘醌(以甲萘醌计)/%   | $\geq 50.0$     |
| 游离亚硫酸氢钠/%           | $\leq 5.0$      |
| 溶液色泽                | 不超过黄绿色 4 号标准比色液 |
| 磷酸甲萘醌试验             | 不得发生沉淀          |
| 水分/%                | $\leq 13.0$     |
| 铬/(mg/kg)           | $\leq 50$       |
| 重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) | $\leq 20$       |
| 总砷(As)/(mg/kg)      | $\leq 2$        |

#### 4 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯;色谱和光谱分析中所用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定,其他试验用水符合 GB/T 6682 中三级水的规定;试剂和溶液的制备应符合 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定。

##### 4.1 感官检验

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和形态,并嗅其气味。

##### 4.2 鉴别

###### 4.2.1 试剂与溶液

4.2.1.1 三氯甲烷。

4.2.1.2 无水乙醇。

4.2.1.3 亚硫酸氢钠。

4.2.1.4 氰乙酸乙酯。

4.2.1.5 碳酸钠溶液:106 g/L。

4.2.1.6 氨水乙醇溶液:取氨水与无水乙醇等体积混合。

4.2.1.7 氢氧化钠溶液:333 g/L。

注意:氢氧化钠溶液是强腐蚀液,操作者需戴防护眼镜、手套,以防灼伤。

4.2.1.8 盐酸溶液:取盐酸 63 mL,加水至 100 mL,摇匀。

###### 4.2.2 鉴别试验

4.2.2.1 称取试样约 0.1 g,置分液漏斗中,加水 10 mL 溶解,加碳酸钠溶液(4.2.1.5) 3 mL,即发生鲜黄色沉淀。用三氯甲烷 5 mL 萃取沉淀,分取三氯甲烷层,过滤,滤液在水浴中蒸干,放冷。残余物加少量无水乙醇溶解,并重新水浴蒸干,残渣按 GB/T 21781 测定。熔点应为 104 ℃~107 ℃。

4.2.2.2 按 4.2.2.1 中方法制得沉淀约 50 mg,加水 5 mL,加亚硫酸氢钠约 75 mg,水浴上加热并剧烈振荡,直到全部溶解呈几乎无色的溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀。取 2 mL,加氨水乙醇溶液(4.2.1.6) 2 mL,振荡,加氰乙酸乙酯 3 滴,溶液显深紫蓝色,加氢氧化钠溶液(4.2.1.7) 1 mL,溶液转变成绿色,随



即变成黄色。

4.2.2.3 称取试样约 80 mg,加水 2 mL 溶解后,加盐酸溶液(4.2.1.8)数滴,温热,即产生二氧化硫的臭气。

### 4.3 亚硫酸氢钠甲萘醌(以甲萘醌计)含量测定

警告:应避免光操作!

#### 4.3.1 原理

试样在碱性溶液中析出甲萘醌沉淀,三氯甲烷萃取沉淀后用高效液相色谱仪或紫外-可见分光光度计进行测定。

#### 4.3.2 试剂与溶液

4.3.2.1 三氯甲烷。

4.3.2.2 甲醇。

4.3.2.3 甲醇(色谱纯)。

4.3.2.4 无水乙醇。

4.3.2.5 甲萘醌对照品:纯度应 $\geq 99\%$ 。

4.3.2.6 碳酸钠溶液:106 g/L。

#### 4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 分析天平:感量为 0.1 mg 和 0.01 mg。

4.3.3.2 紫外-可见分光光度计。

4.3.3.3 高效液相色谱仪,带紫外检测器或二极管阵列检测器。

#### 4.3.4 高效液相色谱法(仲裁法)

##### 4.3.4.1 标准溶液制备

称取甲萘醌对照品约 0.02 g(精确至 0.01 mg),置 100 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,此为标准储备液(—20 ℃储存,有效期 3 个月)。吸取标准储备液 2.00 mL,置 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.3.2.2)稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.4.2 试样溶液制备

称取试样适量(约相当于甲萘醌 0.2 g,精确至 0.1 mg),置 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。吸取 10.00 mL,置分液漏斗中,加三氯甲烷 40 mL 和碳酸钠溶液(4.3.2.6) 5 mL,振摇 30 s,静置。取三氯甲烷层于 100 mL 容量瓶中,水层再用三氯甲烷萃取两次,每次 20 mL,萃取液并入容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。吸取 2.00 mL,置 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.3.2.2)稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.4.3 测定

###### 4.3.4.3.1 参考色谱条件

参考色谱条件如下:

——色谱柱: $C_{18}$ 柱,柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5  $\mu\text{m}$  或性能相当者;

——流动相:甲醇(4.3.2.3)+水=65+35;

- 流速:1.0 mL/min;
- 检测波长:250 nm;
- 进样量:20  $\mu$ L。

#### 4.3.4.3.2 上机测定

取标准溶液(4.3.4.1)和试样溶液(4.3.4.2),注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算。标准溶液色谱图见附录 A 中图 A.1。

#### 4.3.4.4 结果计算与表示

甲萘醌含量  $X_1$ ,以质量分数表示,数值以%计,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times P \times 10}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $A_2$  —— 试样溶液中甲萘醌的峰面积;
- $m_1$  —— 甲萘醌对照品质量,单位为克(g);
- $P$  —— 甲萘醌对照品纯度,%;
- 10 —— 稀释倍数;
- $A_1$  —— 标准溶液中甲萘醌的峰面积;
- $m_2$  —— 试样质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位,两次平行测定的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的3%。

#### 4.3.5 紫外-可见分光光度法

##### 4.3.5.1 标准溶液制备

称取甲萘醌对照品约 0.02 g(精确至 0.01 mg),置 100 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,此为标准储备液(−20℃储存,有效期 3 个月)。吸取标准储备液 2.00 mL,置 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.5.2 试样溶液制备

称取试样适量(约相当于甲萘醌 0.2 g,精确至 0.1 mg),置 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。吸取 10.00 mL,置分液漏斗中,加三氯甲烷 40 mL 和碳酸钠溶液(4.3.2.6)5 mL,振摇 30 s,静置。取三氯甲烷层,置 100 mL 容量瓶中,水层再用三氯甲烷萃取两次,每次 20 mL,萃取液并入容量瓶,用三氯甲烷稀释到刻度,摇匀。吸取 2.00 mL,置 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

##### 4.3.5.3 测定

取标准溶液(4.3.5.1)和试样溶液(4.3.5.2),用紫外-可见分光光度计分别在 250 nm $\pm$ 2 nm 波长处测定吸光度。

##### 4.3.5.4 结果计算与表示

甲萘醌含量  $X_2$ ,以质量分数表示,数值以%计,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times P \times 10}{A_3 \times m_4} \dots\dots\dots(2)$$



式中:

- $A_1$  —— 试样溶液的吸光度;  
 $m_3$  —— 甲萘醌对照品质量,单位为克(g);  
 $P$  —— 甲萘醌对照品纯度,%;  
 10 —— 稀释倍数;  
 $A_0$  —— 标准溶液的吸光度;  
 $m_4$  —— 试样质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位,两次平行测定的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的3%。

#### 4.4 游离亚硫酸氢钠含量测定

##### 4.4.1 试剂与溶液

- 4.4.1.1 盐酸。  
 4.4.1.2 碘标准滴定溶液: $c(1/2 I_2)=0.1 \text{ mol/L}$ ,按 GB/T 601 制备。  
 4.4.1.3 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 GB/T 601 制备和标定。  
 4.4.1.4 淀粉指示液:按 GB/T 603 制备。本液应临用新配。

##### 4.4.2 测定方法

称取试样约 1.5 g(精确至 0.1 mg),置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。吸取 20.00 mL,置碘量瓶中,加碘标准滴定溶液(4.4.1.2)25.00 mL,密塞混合,在暗处放置 5 min,加盐酸 1 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.1.3)滴定,至近终点时,加淀粉指示液(4.4.1.4)3 mL,继续滴定至蓝色消失,同时做空白试验。

##### 4.4.3 结果计算与表示

游离亚硫酸氢钠含量  $X_3$ ,以质量分数表示,数值以%计,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.05203 \times 5}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $V_0$  —— 空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);  
 $V$  —— 试样溶液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);  
 0.05203 —— 与 1.00 mL 碘标准滴定溶液[ $c(1/2 I_2)=1 \text{ mol/L}$ ]相当的、以克表示的亚硫酸氢钠的质量;  
 5 —— 稀释倍数;  
 $m_5$  —— 试样质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位,两次平行测定的绝对值之差应不大于 0.2%。

#### 4.5 溶液色泽

##### 4.5.1 试剂与溶液

- 4.5.1.1 乙酸。  
 4.5.1.2 碘化钾。

4.5.1.3 盐酸溶液(1+39)。

4.5.1.4 氨水溶液(10%)：按 GB/T 603 制备。

4.5.1.5 乙酸-乙酸钠缓冲液(pH6.0)：取乙酸钠 54.6 g，加 1 mol/L 乙酸溶液 20 mL 溶解，加水稀释至 500 mL，摇匀。

4.5.1.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 制备和标定。

4.5.1.7 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 GB/T 601 制备和标定。

4.5.1.8 二甲酚橙指示液：按 GB/T 603 制备。本液应临用新配。

4.5.1.9 淀粉指示液：按 GB/T 603 制备。本液应临用新配。

4.5.1.10 氯化钴溶液：称取六水合氯化钴 32.5 g(精确至 0.01 g)，加盐酸溶液(4.5.1.3)使之溶解，并稀释至 500 mL，摇匀。吸取 2.00 mL，置锥形瓶中，加水 200 mL，摇匀，加氨水溶液(4.5.1.4)至溶液由浅红色转变至绿色后，加乙酸-乙酸钠缓冲液(4.5.1.5)10 mL，加热至 60 ℃，再加二甲酚橙指示液(4.5.1.8)5 滴，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.5.1.6)滴定至溶液显黄色。每 1 mL 的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.5.1.6)相当于 11.90 mg 的  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。根据上述测定结果，计算原溶液中  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  含量，并加适量盐酸溶液(4.5.1.3)，使每 1 mL 溶液中含 59.5 mg  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

4.5.1.11 重铬酸钾溶液：称取在 120 ℃干燥至恒重的基准重铬酸钾 0.400 0 g(精确至 0.1 mg)，置 500 mL 量瓶中，加适量水溶解并稀释至刻度，摇匀。每 1 mL 溶液中含 0.800 mg 的  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 。

4.5.1.12 硫酸铜溶液：称取五水合硫酸铜约 32.5 g(精确至 0.01 g)，加适量的盐酸溶液(4.5.1.3)使溶解，并稀释至 500 mL，摇匀。吸取 10.00 mL，置碘量瓶中，加水 50 mL、乙酸 4 mL 与碘化钾 2 g，用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.5.1.7)滴定，至近终点时，加淀粉指示液(4.5.1.9)2 mL，继续滴定至蓝色消失。每 1 mL 的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.5.1.7)相当于 24.97 mg 的  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。根据上述测定结果，计算原溶液中  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  含量，并加适量的盐酸溶液(4.5.1.3)使每 1 mL 溶液中含 62.4 mg 的  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。

4.5.1.13 黄绿色标准贮备液制备：吸取氯化钴溶液(4.5.1.10)1.2 mL、重铬酸钾溶液(4.5.1.11)22.8 mL 与硫酸铜溶液(4.5.1.12)7.2 mL，置 100 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

4.5.1.14 黄绿色 4 号标准比色液制备：吸取黄绿色标准贮备液(4.5.1.13)2.0 mL，加水 8.0 mL，混匀。

## 4.5.2 试验方法

称取试样 1 g(精确至 0.1 g)，加水 25 mL 溶解，观察其溶液颜色，如显色，所显颜色与黄绿色 4 号标准比色液(4.5.1.14)比较，不得更深。

## 4.6 磺酸甲萘醌试验

### 4.6.1 试剂与溶液

邻菲罗啉指示液：称取硫酸亚铁 0.5 g，加水 100 mL 使溶解，加硫酸 2 滴与邻菲罗啉 0.5 g，摇匀。本液应临用新配。

### 4.6.2 试验方法

称取试样 0.2 g，加水 10 mL 溶解，加邻菲罗啉指示液(4.6.1)2 滴，观察是否发生沉淀。

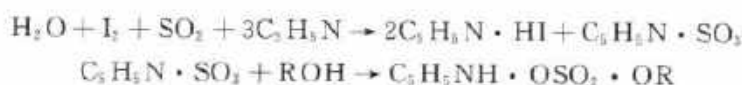
## 4.7 水分测定

警告：所用仪器设备应干燥，并能避免空气中水分的侵入，测定操作宜在干燥环境中进行。

### 4.7.1 原理

卡尔·费休试剂(碘、二氧化硫、吡啶和甲醇或乙二醇甲醚组成的溶液)能与样品中的水定量反应：





以合适的溶剂(无水甲醇)溶解样品中的水,用已知滴定度的卡尔·费休试剂滴定,目测法或电位法确定滴定终点,即可测出样品中水的质量分数。

#### 4.7.2 试剂和溶液

##### 4.7.2.1 无水甲醇。

##### 4.7.2.2 卡尔·费休试剂(应遮光、密封,置阴凉干燥处保存,临用前标定浓度)。

#### 4.7.3 测定步骤

##### 4.7.3.1 卡尔·费休试剂标定

称取水 10 mg~30 mg(精确至 0.01 mg),用水分测定仪标定。

或称取水 10 mg~30 mg(精确至 0.01 mg),置干燥的具塞玻璃瓶中,加无水甲醇适量,在避免空气中水分侵入的条件下,用卡尔·费休试剂(4.7.2.2)滴定至溶液由浅黄色变为红棕色(或用电化学方法指示终点),同时做空白试验,按式(4)计算:

$$F = \frac{W_1}{A_1 - B_1} \quad \text{.....(4)}$$

式中:

$F$  ——每 1 mL 卡尔·费休试剂相当于水的质量,单位为毫克(mg);

$W_1$  ——水的质量,单位为毫克(mg);

$A_1$  ——标定时消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

$B_1$  ——空白溶液消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL)。

以三次连续测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后三位,三次测定的相对平均偏差应不大于 1%。

##### 4.7.3.2 试样测定

称取试样约 100 mg(精确至 0.01 mg),以无水甲醇为溶剂,用水分测定仪测定。

或称取试样约 100 mg(精确至 0.01 mg),置干燥的具塞玻璃瓶中,加无水甲醇适量,在不断振摇(或搅拌)下用卡尔·费休试剂(4.7.2.2)滴定至溶液由浅黄色变为红棕色(或用电化学方法指示终点),同时做空白试验。

#### 4.7.4 结果计算与表示

水分  $X_4$ ,以质量分数表示,数值以%计,按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{(A_2 - B_2) \times F}{W_2} \times 100 \quad \text{.....(5)}$$

式中:

$A_2$  ——试样溶液消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

$B_2$  ——空白溶液消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

$F$  ——每 1 mL 卡尔·费休试剂相当于水的质量,单位为毫克(mg);

$W_2$  ——试样质量,单位为毫克(mg)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位,两次平行测定的绝对值之差应不大于 0.3%。

## 4.8 铬

按照 GB/T 13088 中的原子吸收光谱法(火焰法)测定。

## 4.9 重金属

### 4.9.1 试剂与溶液

#### 4.9.1.1 硫酸。

注意:硫酸是强腐蚀液,操作者需戴防护眼镜、手套,以防灼伤。

#### 4.9.1.2 硝酸。

#### 4.9.1.3 盐酸。

#### 4.9.1.4 铅标准溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

#### 4.9.1.5 氢氧化钠溶液:40 g/L。

#### 4.9.1.6 氨水溶液(10%):按 GB/T 603 制备。

#### 4.9.1.7 盐酸溶液 I:取盐酸 63 mL,水加至 100 mL,摇匀。

#### 4.9.1.8 盐酸溶液 II:取盐酸 18 mL,水加至 100 mL,摇匀。

#### 4.9.1.9 硫代乙酰胺溶液:取硫代乙酰胺 4 g,加水使溶解成 100 mL,置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 及混合液[由氢氧化钠溶液(4.9.1.5)15 mL、水 5.0 mL 及丙三醇 20 mL 组成]5.0 mL,置水浴上加热 20 s,混匀,冷却,立即使用。

#### 4.9.1.10 乙酸盐缓冲液(pH3.5):取乙酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解,加盐酸溶液 I (4.9.1.7)38 mL,用盐酸溶液 II (4.9.1.8)或氨水溶液(4.9.1.6)准确调节 pH 至 3.5(电位计指示),用水稀释至 100 mL,摇匀。

#### 4.9.1.11 酚酞指示液:按 GB/T 603 制备。

#### 4.9.1.12 铅标准工作液配制:吸取铅标准溶液(4.9.1.4)2.00 mL,置 200 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(每毫升相当于 10 $\mu\text{g}$ 的 Pb)。

### 4.9.2 分析步骤

#### 4.9.2.1 试样溶液制备

称取试样 1 g(精确至 0.01 g),置瓷坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷。加硫酸 0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,在 550  $^{\circ}\text{C}$  炽灼使完全灰化,放冷。加硝酸 0.5 mL,蒸干至氧化氮蒸气除尽后,放冷。加盐酸 2.0 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加氨水溶液(4.9.1.6)至对酚酞指示液(4.9.1.11)显微红色,再加乙酸盐缓冲液(4.9.1.10)2.0 mL,微热溶解后,移置纳氏比色管,加水稀释成 25 mL,作为乙管。

#### 4.9.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂,置瓷坩埚中蒸干后,加乙酸盐缓冲液(4.9.1.10)2.0 mL 与水 15 mL,微热溶解后,移置纳氏比色管中,加铅标准工作液(4.9.1.12)2.00 mL,再用水稀释成 25 mL,作为甲管。

### 4.9.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.9.1.9)各 2.0 mL,摇匀,放置 2 min,同置白纸上,自上向下透视,观察比较甲管与乙管的颜色,如乙管所显颜色未深于甲管,则判定为符合规定。

## 4.10 总砷

### 4.10.1 试剂与溶液

#### 4.10.1.1 盐酸。



4.10.1.2 氧化镁。

4.10.1.3 无砷锌粒：以能通过1号筛的无砷锌为宜，如使用锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间延长至1 h。

4.10.1.4 砷标准溶液：1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.10.1.5 硝酸镁溶液：150 g/L。

4.10.1.6 盐酸溶液：取盐酸 18 mL，加水至 100 mL，摇匀。

4.10.1.7 碘化钾溶液：165 g/L。本液应临用新配。

4.10.1.8 酸性氯化亚锡溶液：取氯化亚锡 20 g，加盐酸使溶解成 50 mL，滤过，摇匀。本液使用期限为 3 个月。

4.10.1.9 乙酸铅溶液：取乙酸铅 10 g，加新沸过的冷水溶解，滴加乙酸使溶液澄清，加新沸过的冷水至 100 mL，摇匀。

4.10.1.10 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.10.1.11 砷标准工作液配制：吸取砷标准溶液(4.10.1.4) 5.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，再吸取 2.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每毫升相当于 1  $\mu\text{g}$  的 As)。

4.10.1.12 溴化汞试纸：按 GB/T 603 制备，置棕色磨口瓶中保存。

4.10.1.13 乙酸铅棉花：取脱脂棉，浸入乙酸铅溶液(4.10.1.9)与水的等体积混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100  $^{\circ}\text{C}$  以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

## 4.10.2 分析步骤

### 4.10.2.1 试样砷斑的制备

取试样 1.0 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中，加硝酸镁溶液(4.10.1.5) 10 mL 和氧化镁 1 g，混匀，浸泡 4 h，于低温或水浴上蒸干，用小火缓缓炽灼至完全炭化，放冷。在 550  $^{\circ}\text{C}$  炽灼使完全灰化，加水 2 mL 湿润灰分，加酚酞指示液(4.10.1.10) 1 滴，如显红色，滴加盐酸溶液(4.10.1.6)至红色褪去，移入锥形瓶中。用水 21 mL 分次洗涤瓷坩埚，洗液并入锥形瓶中，再加盐酸 5 mL、碘化钾溶液(4.10.1.7) 5 mL 和酸性氯化亚锡溶液(4.10.1.8) 5 滴。在室温放置 10 min 后，加无砷锌粒 2 g，立即将顶端平面放有溴化汞试纸(4.10.1.12)和装有乙酸铅棉花(4.10.1.13)的导气管密塞于锥形瓶上，并将锥形瓶置于 25  $^{\circ}\text{C}$ ~40  $^{\circ}\text{C}$  水浴中，反应 45 min，取出溴化汞试纸，即得。

### 4.10.2.2 标准砷斑的制备

另取制备试样砷斑的试剂，置瓷坩埚中与试样同法处理后，移入锥形瓶中。加盐酸 5 mL 与水 21 mL，再吸取砷标准工作液(4.10.1.11) 2.00 mL，照“试样砷斑的制备”(4.10.2.1)项下自“碘化钾溶液”起同法操作。

## 4.10.3 结果判定

取出溴化汞试纸，肉眼比较砷斑颜色，如试样砷斑颜色未深于标准砷斑颜色，则判定为符合规定。

## 5 检验规则

### 5.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。



## 5.2 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一个生产批次。

## 5.3 出厂检验

第3章所列项目中,外观与性状、亚硫酸氢钠甲萘醌含量、磺酸甲萘醌试验、水分和铬为出厂检验项目。

## 5.4 型式检验

型式检验项目为第3章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:

- a) 产品定型时;
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产三个月以上,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。

## 5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,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

应符合 GB 10648 的规定,并标注安全使用警示,提示使用时应做好防护,避免与皮肤直接接触,避免皮肤灼伤。

### 6.2 包装

采用密闭、避光包装,包装材料应无毒无害,并符合相应的标准要求。

### 6.3 运输

本品在运输过程中应避光、防潮、防高温、防止包装破损,不得与有毒有害物质混运。

### 6.4 贮存

本品应贮存在 25℃以下的通风、干燥、避光处,禁止与有毒有害物质混贮。

## 7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,原包装产品保质期为 12 个月。

附录 A  
(资料性附录)  
甲苯酞标准色谱图

甲苯酞标准溶液色谱图见图 A.1。

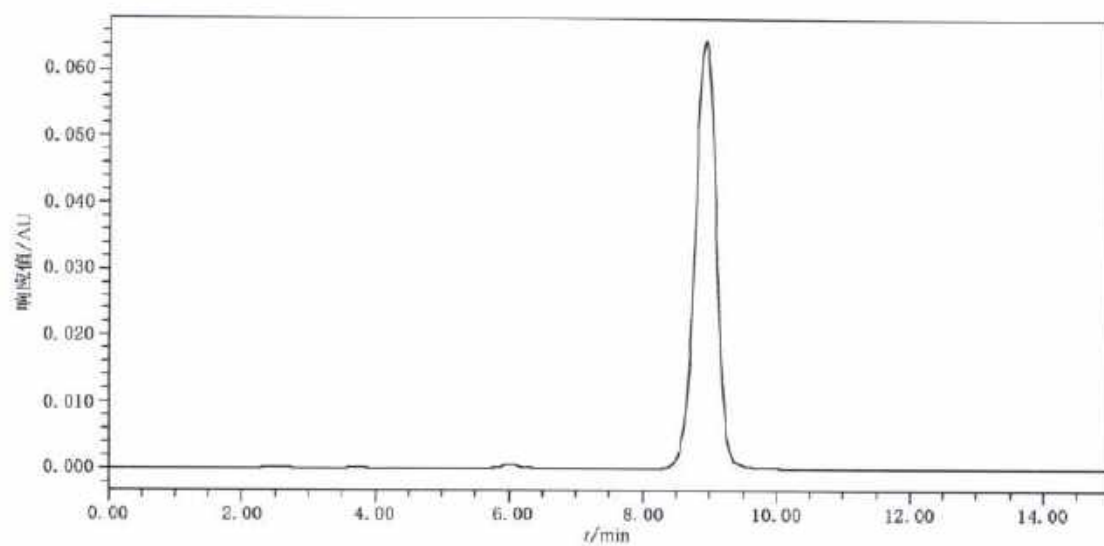


图 A.1 甲苯酞标准溶液(4  $\mu\text{g/mL}$ )高效液相色谱图

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲料添加剂  
亚硫酸氢钠甲萘醌(维生素 K<sub>3</sub>)  
GB 7294—2017

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 1 字数 22 千字  
2017年10月第一版 2017年10月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-50481 定价 18.00 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)68510107



GB 7294-2017