ICS 65.120
CCS B 46

T/HEBQIA

团　　体　　标　　准

T/HEBQIA XXXX—XXXX

混合型饲料添加剂 维生素C(L-抗坏血酸)

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

河北省质量信息协会　　发 布

目　　次

目　　次 I
前　　言 II
1 范围 1
2 规范性引用文件 1
3 术语和定义 1
4 原料 1
5 技术要求 1
6 试验方法 2
7 检验规则 5
8 标签、包装、运输、贮存、保质期 6
参 考 文 献 7

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。

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。

本文件由石药集团维生药业（石家庄）有限公司提出。

本文件由河北省质量信息协会归口。

本文件起草单位：石药集团维生药业（石家庄）有限公司、河北省质量信息协会。

本文件主要起草人：李志平、马卫红、王强、逯涛、董秋云、王兵杰、底敏、王云、朱英刚。

混合型饲料添加剂 维生素C(L-抗坏血酸)

1 范围

本文件规定了混合型饲料添加剂 维生素C（L-抗坏血酸）的技术要求，试验方法，检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以维生素C（L-抗坏血酸）为主要原料，经过造粒或包衣生产的混合型饲料添加剂维生素C(L-抗坏血酸)。

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 7303 饲料添加剂 L-抗坏血酸（维生素C）
GB/T 8885 食用玉米淀粉
GB 10648 饲料标签
GB/T 20882.6 淀粉糖质量要求 第六部分 麦芽糊精
GB/T 24401 α-淀粉酶制剂
GB 25545 食品添加剂 L（+）-酒石酸
GB 31637 食用淀粉
GB/T 38573 预糊化淀粉
《中华人民共和国药典》

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原料

4.1 维生素C(L-抗坏血酸)应符合GB 7303。
4.2 食用玉米淀粉应符合GB/T 8885。
4.3 麦芽糊精应符合GB/T 20882.6。
4.4 α-淀粉酶制剂应符合GB/T 24401。
4.5 L（+）-酒石酸应符合GB 25545。
4.6 淀粉应符合GB 31637。
4.7 预糊化淀粉应符合GB/T 38573。
4.8 乙基纤维素、聚丙烯酸树脂、预胶化淀粉、玉米淀粉、聚维酮K30、微晶纤维素、羟丙甲纤维素、羟丙基纤维素应符合《中华人民共和国药典》的规定。

5 技术要求

5.1 外观和性状

白色至浅黄色固体颗粒。

5.2 技术指标

应符合表1的规定。

表1 技术指标

产品品种及规格		维生素C含量(%)	干燥失重(%)	重金属(以Pb计)(%)	砷(%)
混合型饲料添加剂 维生素C（L-抗坏血酸）	Vc-90颗粒	89.0～91.0	≤1.0	≤0.001	≤0.0003
	Vc-95颗粒	94.0～96.0			
	Vc-97颗粒	96.0～98.0			
	Vc-95SF颗粒	94.0～96.0			
	Vc-97SF颗粒	96.0～98.0			
	Vc-90包衣	≥90.0	≤2.0	≤0.001	≤0.0003
	Vc-93包衣	≥93.0			
	Vc-95包衣	94.0～96.0	≤0.5		
	Vc-97包衣	96.0～98.0			

6 试验方法

6.1 外观

取被测样品，置于明亮处，在自然光线下，用肉眼观察颜色和性状。

6.2 维生素C含量的测定

6.2.1 淀粉指示剂（0.5%）的制备

称取5 g可溶性淀粉，加少量水溶解后，注入沸腾的1000 ml纯化水中，煮沸2分钟，冷却至室温。

6.2.2 冰乙酸（6%）的制备

量取60 ml冰醋酸，加水稀释1000 ml，摇匀。

6.2.3 测定过程

取本品约0.2 g，精密称定，加新沸过的冷水100 ml与6%冰乙酸溶液10 ml使之溶解，加淀粉指示液1 ml，立即用碘标准滴定溶液（0.05 mol/L）滴定，滴定至溶液显蓝色在30 s内不褪色。每1 ml碘滴定液（0.05 mol/L）相当于8.806 mg的$C_6H_8O_6$。平行测定两份，取其平均值。同时做空白试验。

维生素C含量(X)按式(1)计算。

$$X(\%) = \frac{C\times(V-V_0)\times 0{,}008806}{m\times 0.05}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

C——碘滴定液实际浓度（mol/L）；

0.05——碘滴定液理论浓度（mol/L）；
m——称取样品的重量（g）；
V——消耗碘滴定液体积（ml）；
V_0——空白消耗碘滴定液体积（ml）；
0.008806——1 ml0.05 mol/L碘滴定液相当于0.008806 g维生素C；

6.3 干燥失重

6.3.1 包衣产品

取本品约1.0 g，精密称定，置已恒重的称量瓶中，放入105℃烘箱干燥2小时，移入干燥器中，放冷至室温后精密称定，包衣产品干燥失重（$X_{包}$）按式（2）计算。

$$X_{包}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \text{.....（2）}$$

式中：
m_1——干燥前称量瓶和供试品重；
m_2——干燥后称量瓶和供试品重；
m_0——空瓶重。

6.3.2 颗粒产品

取本品1.0 g，精密称定，置于已恒重的扁形称量瓶中，放入有干燥剂的真空干燥箱中，打开瓶盖，控温60℃±2℃，压力在2.67 KPa以下，减压干燥3小时（取出时合盖）后移入干燥器内，放冷至室温，取出迅速精密称定，颗粒产品干燥失重（$X_{颗}$）按式（3）计算。

$$X_{颗}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \text{.....（3）}$$

式中：
m_1——干燥前称量瓶和供试品重；
m_2——干燥后称量瓶和供试品重；
m_0——空瓶重。

6.4 重金属

6.4.1 氨试液（6 mol/L）的制备

取浓氨水400 ml加水稀释至1000 ml摇匀，即得。

6.4.2 盐酸（6 mol/L）的制备

量取510 ml盐酸，加水稀释至1000 ml，摇匀，即得。（浓度相当于6 N）

6.4.3 铅储备液（100 ppm）的制备

称取硝酸铅0.1599 g，至1000 ml容量瓶中，加硝酸5 ml、水50 ml，溶解后，用水稀释至刻度，摇匀。或使用购置标准溶液直接稀释制备。

6.4.4 标准铅溶液（10 ppm）的制备

精密量取铅储备液（100 ppm）10 ml，置100 ml容量瓶中加水稀释至刻度，摇匀。可根据需要进行稀释。

6.4.5 醋酸铵缓冲液（pH=3.5）的制备

称取25.0 g醋酸铵溶于25 ml水中，加入38.0 ml 6 mol/L盐酸。如必要，可用6 mol/L的氨水或6 mol/L的盐酸调至pH=3.5,将其用水稀释至100 ml，混匀。

6.4.6 硫代乙酰胺试液的制备

取硫代乙酰胺4 g，加水使溶解成100 ml置冰箱中保存。临用前取混合液（由1 mol/L氢氧化钠溶液15 ml、水5.0 ml及甘油20 ml组成）5.0 ml，加硫代乙酰胺溶液1.0 ml，置水浴上加热20秒钟，冷却，立即使用。

6.4.7 对照液的制备

吸取2 ml标准铅溶液(10 ppm)置于50 ml比色管中，加水稀释至25 ml。用1 N的醋酸或6 N氨水调至pH=3.0～4.0(用精密的pH试纸测定)，加水稀释至40 ml，混匀。

6.4.8 供试液的制备

称取供试品2.0 g置坩埚中，加足量硫酸使湿润，电炉上尽可能低的温度使其完全碳化。(碳化过程坩埚可以半开盖)。在碳化物中加入2 ml硝酸和5滴硫酸，小心加热至无白烟冒出。在500℃～600℃箱式电阻炉中炽灼使其完全灰化，放冷。加入4 ml的6 mol/L盐酸，加盖，水浴加热蒸干。向残渣中加1滴盐酸、10 ml热水，反应2分钟。逐滴加入6 mol/L的氨水，至溶液恰显碱性(石蕊试纸测试)，用水稀释至25 ml，用1 mol/L的醋酸调pH=3.0～4.0(用精密的pH试纸测定)。必要时过滤,用10 ml水洗涤坩埚和过滤器，将洗液和滤液同置于50 ml比色管中，用水稀释至40 ml，混匀。

6.4.9 测定过程

分别向盛有对照液，供试液的两支比色管中加入2 mlpH=3.5的醋酸盐缓冲液。然后加入1.2 ml的硫代乙酰胺试液，用水稀释至50 ml，摇匀，放置2分钟，同置白背景上，自上向下透视，供试液中显出的颜色与对照液比较,不应更深。

6.5 砷的测定

6.5.1 标准砷溶液的制备

称取三氧化二砷0.132 g，置1000 ml量瓶中，加20%氢氧化钠溶液5 ml溶解后，用适量的稀硫酸中和，再加稀硫酸10 ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为储备液。临用前，精密量取储备液10 ml，置1000 ml量瓶中，加稀硫酸10 ml，用水稀释至刻度，摇匀，即得（每1 ml相当于1 μg的砷）。

6.5.2 乙基二硫代氨基甲酸银试液的制备

取二乙基二硫代氨基甲酸银0.25 g，加氯仿适量与三乙胺1.8 ml，加氯仿至100 ml，搅拌使溶解，放置过夜，用脱脂棉滤过即得。本液应置棕色玻璃瓶中，密塞，阴凉处。

6.5.3 碘化钾试液的制备

取碘化钾16.5 g，加水使溶解成100 ml,即得。本液应临用新制。

6.5.4 氯化亚锡试液的制备

取氯化亚锡1.5 g，加水10 ml与少量的盐酸使溶解，即得。

6.5.5 供试液制备

称取样品0.67 g置A瓶中，加5 ml盐酸和25 ml水溶解，再加碘化钾试液5 ml与酸性氯化亚锡试液5滴，在室温放置10分钟后，加锌粒2 g，立即将导气管C与A瓶密塞，使生成的砷化氢气体导入D管中，并将A瓶置25℃～40℃水浴中反应45分钟，取出D管，添加水至刻度，混匀，即得。

6.5.6 标准砷对照液的制备

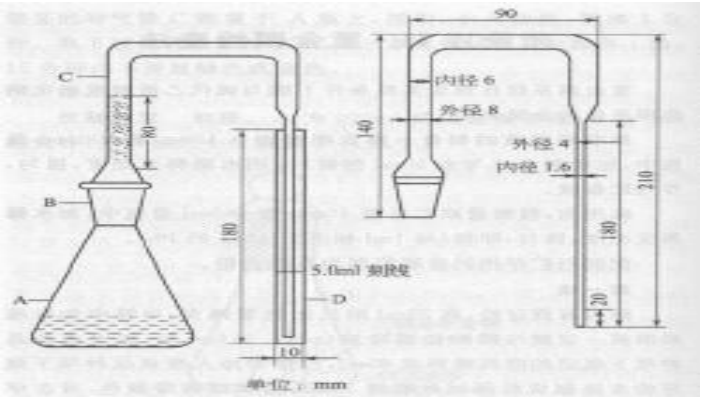
精密量取标准砷溶液2 ml，置A瓶中，加盐酸5 ml与水23 ml，再加碘化钾试液5 ml与酸性氯化亚锡试液5滴，在室温放置10分钟后，加锌粒2 g，立即将导气管C和A瓶密塞，使生成的砷化氢气体导入D管中，并将A管置25℃～40℃水浴中反应45分钟，取出D管，添加氯仿至刻度，混匀，即得。

将所得溶液与标准砷对照液同置白色背景上，从D管上方向下观察，比较所的溶液的颜色不得比对照液更深。必要时，可将所得溶液转移至1 cm吸收池中，用分光光度计在510 mm波长处以二乙基二硫代氨基甲酸银试液作空白，测定吸收度，与标准砷对照液按同法测得的吸收度比较，即得。

6.5.7 测定过程

测定时，于导气管C中装入醋酸铅棉花60 mg（装管高度约80 mm），并于D管中精密加入二乙基二硫代氨基甲酸银试液5 ml。

仪器装置如图1所示。



标引序号说明：

A——100 ml标准磨口锥形瓶；

B——中空的标准磨口塞，上连导气管C；

C——导气管，一端的外径为8 mm，内径为6 mm；长180 mm，另一端外径4 mm，内径1.6 mm，尖端内径为1 mm；

D——为平底玻璃管（长180 mm，内径10 mm，于5.0 ml处有一刻度。

图1 仪器装置

7 检验规则

7.1 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产品为一批。

7.2 采样

按批采样，采样原则：若总件数为n，则当n≤3时，每件取样；当3＜n≤300时，按$\sqrt{n}$+1件随机采样；当n＞300时，按$\sqrt{n}$/2+1件随机采样。

7.3 出厂检验

出厂检验项目为本文件4.3技术指标要求的全部项目。

7.4 判定规则

所检项目检验结果均与本文件4.3技术指标规定一致判定为合格产品；如果检验中有任何一项指标不符合技术指标要求，则判该批产品不合格。

8 标签、包装、运输、贮存、保质期

8.1 标签

标签按照GB 10648的规定执行。

8.2 包装

内包装采用两层塑料袋或一层塑料袋一层铝箔袋，并密封，外包装采用纸箱或编织袋，或根据用户的要求进行包装。

8.3 运输

运输过程应避免日晒雨淋、受热，严禁与有毒、有害的物质或其他有污染物品混装、混运。

8.4 贮存

应于避光、干燥处贮存。

8.5 保质期

未开启的原包装产品在规定的运输、贮存条件下，保质期为24个月。

参 考 文 献

[1] 《中华人民共和国药典》2020年版 第四部 通则 0821 重金属检查法
[2] 《中华人民共和国药典》2020年版 第四部 通则 0822 砷盐检查法
[3] 《中华人民共和国药典》2020年版 第四部 通则 0831 干燥失重测定法