

ICS 65. 120
B 46
备案号: 14997—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2941—2004

代替 HG 2941- 1999

饲料级 氯化胆碱

Feed grade choline chloride

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG 2941—1999《饲料级 氯化胆碱》。

本标准与 HG 2941—1999 相比主要变化为：

- 将第一篇和第二篇合并(1999 年版的第一篇、第二篇,本版的第 3、4、5、6 章)。
- 分别将粉剂 50%和 60%氯化胆碱的含量指标由 $\geq 50.0\%$ 和 $\geq 60.0\%$ 修改为 $\geq 50\%$ 和 $\geq 60\%$ (1999 年版的 8.2,本版的 3.4)。
- 将水剂 pH 值指标由 6.5~8.0 修改为 6.0~8.0(1999 年版的 4.2,本版的 3.4),试验方法中取消“精密试纸测定”(1999 年版的 5.3,本版的 4.4)。
- 将水剂项目三甲胺含量修改为总游离胺/氮[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量(1999 年版的 4.2,本版的 3.4);粉剂增加总游离胺/氮[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量项目(见 3.4);试验方法由苦味酸目视限量比色法修改为凯氏蒸馏定氮法(1999 年版的 5.5,本版的 4.6)。
- 增加六次甲基四胺鉴别试验(见 4.2)。
- 粉剂增加重金属指标和试验方法(见 3.4 和 4.8)。
- 氯化胆碱含量的试验方法修改为离子色谱法(仲裁法)和雷氏盐重量法(见 4.3.1 和 4.3.2)。
- 细度测定使用的试验筛孔径由 800 μm 修改为 850 μm (1999 年版的 8.2,本版的 3.4)。
- 将所有项目均为出厂检验项目修改为所有项目均为型式检验项目。水剂产品出厂检验项目为氯化胆碱含量、pH 值、总游离胺/氮[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量;粉剂产品出厂检验项目为 3.3 和氯化胆碱含量、总游离胺/氮[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量、干燥减量、重金属(以 Pb 计)含量、细度(1999 年版的 6.1 和 10.1,本版的 5.1)。
- 删除附录 A(资料性附录)——银量法(1999 年版的附录 A)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC63/SC2)归口。

本标准起草单位:山东省化工研究院、国家饲料质量监督检验中心(北京)、中科院生态环境研究中心。

本标准主要参加验证试验单位:宜兴阿克苏诺贝尔三元化学有限公司、天津市兽药二厂、济南华菱药业有限公司、渭南壮须饲料添加剂集团有限公司、沧州市大洋兽药有限公司、沧州市华大兽药有限公司、天津市渤海兽药有限公司。

本标准起草人:崔爱红、常碧影、邹本莲、林晶、宋荣、韩书霞、高占友、丁永胜、傅慰村。

本标准于 1989 年首次发布为国家标准,1997 年调整为强制性化工行业标准。

本标准于 1999 年 6 月第一次修订。

饲料级 氯化胆碱

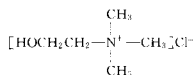
1 范围

本标准规定了饲料级氯化胆碱的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以三甲胺盐酸盐水溶液与环氧乙烷反应生成的氯化胆碱水剂和以氯化胆碱水剂为原料加入玉米芯粉、脱脂米糠、稻壳粉、麸皮、二氧化硅等适于饲料用的赋形剂制成的氯化胆碱粉剂。

分子式： $C_5H_{14}NClO$

结构式：



相对分子质量：139.63(按 2001 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO6353-1:1982,Reagents for chemical analysis— Part 1:General test methods,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO6353-1:1982,Reagents for chemical analysis Part 1:General test methods,NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示和判定方法

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO3310-1:1990)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB 10648 饲料标签

3 要求

3.1 饲料级氯化胆碱水剂为无色透明的黏性液体，稍具特异臭味。

3.2 饲料级氯化胆碱粉剂为白色或黄褐色(视赋形剂不同而不同)干燥的流动性粉末或颗粒，具有吸湿性，有特异臭味。

3.3 饲料级氯化胆碱中不得检出六次甲基四胺。

3.4 饲料级氯化胆碱的质量应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标				
	水 剂		粉 剂		
	70%	75%	50%	60%	
氯化胆碱含量 ^a , %	≥	70.0	75.0	50	60
pH 值		6.0~8.0	6.0~8.0	—	—
乙二醇含量, %	≤	0.50	0.50	—	—
总游离胺/氨[以(CH ₃) ₃ N计]含量, %	≤	0.10	0.10	0.10	0.10
灰分, %	≤	0.20	0.20	—	—
重金属(以 Pb 计)含量, %	≤	0.002	0.002	0.002	0.002
干燥减量, %	≤	—	—	4.0	4.0
细度(R40/3, 850 μm 筛), 过筛率, %	≥	—	—	90	90
注 1: 表中 % 均为质量分数。					
注 2: 总游离胺/氨[以(CH ₃) ₃ N计]含量、重金属(以 Pb 计)含量为强制性要求。					
^a 粉剂氯化胆碱含量以下基计。					

4 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

本标准所使用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.1 氯化胆碱的鉴别试验

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 氢氧化钾。

4.1.1.2 高锰酸钾。

4.1.1.3 硫酸溶液:6+100。

4.1.1.4 硝酸溶液:10+100。

4.1.1.5 雷氏盐(二氨基四硫代氧酸铬铵)甲醇溶液:20 g/L;称取 2 g 雷氏盐,溶于 100 mL 甲醇,过滤;该溶液配成 48 h 后即不能使用。

4.1.1.6 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。

4.1.1.7 氨水溶液:4+10。

4.1.1.8 硝酸银溶液:17 g/L。

4.1.1.9 红色石蕊试纸:变色范围 pH4.5~pH8.0(红→蓝)。

4.1.1.10 淀粉-碘化钾试纸。

4.1.2 水剂鉴别方法

4.1.2.1 称取 0.5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 50 mL 水溶解,取其 5 mL,加 3 mL 雷氏盐甲醇溶液,产生红色沉淀。

4.1.2.2 称取 0.5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 10 mL 水溶解,取其 5 mL,加 2 滴碘化汞钾溶液,产生浅黄色沉淀。

4.1.2.3 称取 0.5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 5 mL 水溶解,加 2 g 氢氧化钾、数粒高锰酸钾,加

热时放出氨能使润湿的红色石蕊试纸变蓝。

4.1.2.4 取适量实验室样品,加氨水溶液使成碱性,分成两份。一份加硝酸溶液使成酸性,加硝酸银溶液产生白色凝乳状沉淀,分离出的沉淀能在氨溶液中溶解,再加硝酸溶液,沉淀又生成;另一份中加硫酸溶液使成酸性,加入高锰酸钾数粒,加热放出氯气使淀粉-碘化钾试纸显蓝色。

4.1.3 粉剂鉴别方法

称取约2g实验室样品,精确至0.1g,加20mL水溶解,过滤,弃去滤渣。其他按4.1.2的规定进行。

4.2 六次甲基四胺的鉴别试验

4.2.1 试剂和材料

4.2.1.1 氢氧化钾。

4.2.1.2 硫酸溶液:同4.1.1.3。

4.2.1.3 纳氏试剂。

4.2.1.4 氨制硝酸银溶液:称取1.0g硝酸银,置于100mL烧杯中,加20mL水溶解,在不断搅拌下滴加氨水溶液,至棕色沉淀几乎全部溶解后,过滤,滤液置于棕色试剂瓶中保存。

4.2.1.5 红色石蕊试纸:同4.1.1.9。

4.2.2 鉴别方法

水剂样品,称取约0.5g实验室样品,加10mL水,为试验溶液。

粉剂样品,称取约2g实验室样品,加20mL水溶解,过滤,弃去滤渣,为试验溶液。

在试验溶液中,加10mL硫酸溶液,于电炉上加热、煮沸,用沾有氨制硝酸银溶液或纳氏试剂的试纸检验产生的蒸气,观察试纸颜色,若试纸颜色不变黑,说明样品中不含有六次甲基四胺。若试纸颜色变黑,则加入2g氢氧化钾,继续加热产生的蒸气使润湿的红色石蕊试纸变蓝,证明有甲醛和氨产生,判定样品中含有六次甲基四胺。

4.3 氯化胆碱含量的测定

4.3.1 离子色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

氯化胆碱粉剂样品在加热和振荡条件下用水提取,定量溶解并过滤。水剂样品直接定量稀释。将提取液或稀释液再稀释至合适浓度,通过离子交换色谱柱将氯化胆碱与其他阳离子分离,用带抑制器的电导检测器检测,外标法定量。

4.3.1.2 试剂

(1)水,GB/T 6682,一级。

(2)硫酸标准溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.00\text{ mol/L}$ 。

(3)氯化胆碱标准样品:含量 $\geq 99.0\%$ (质量分数)。

4.3.1.3 仪器

(1)恒温水浴。

(2)电动振荡器。

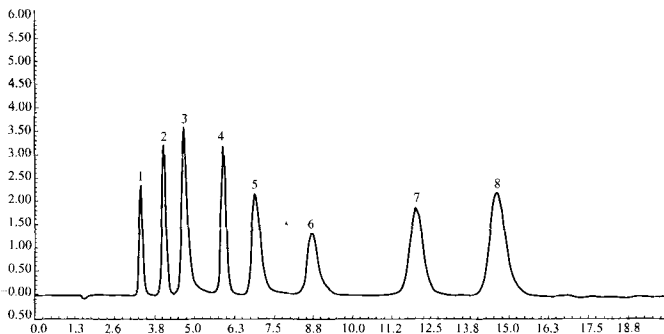
(3)色谱仪:具弱酸性阳离子交换柱和带有连续自动再生膜/叠片式抑制器的电导检测器。

4.3.1.4 色谱分析条件

推荐的色谱操作条件见表2,典型离子色谱图见图1。其他能达到同等分离程度的色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱操作条件

色谱柱	柱长 250 mm×内径 4 mm, 装有羧基/磷酸基弱酸性阳离子交换树脂, 粒径 8.5 μm
流动相	取 17.5 mL 硫酸标准溶液(4.3.1.2.2), 加水稀释至 1000 mL.
流动相流速, mL/min	1
柱温, °C	30



- 1——锂(Li);
 2——钠(Na);
 3——铵(NH₄);
 4——钾(K);
 5——三甲胺(TMA);
 6——氯化胆碱(C₄H₁₁NClO);
 7——镁(Mg);
 8——钙(Ca)。

图 1 氯化胆碱的典型离子色谱图

4.3.1.5 分析步骤

(1) 氯化胆碱标准工作溶液的制备

称取 0.1 g 已在 105℃ 干燥 2h 的氯化胆碱标准样品, 精确至 0.0002 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液为氯化胆碱标准储备溶液: 1 mg/mL。

量取氯化胆碱标准储备溶液 1.00 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液为氯化胆碱标准工作溶液: 10 μg/mL。

(2) 水剂的测定

称取 0.7 g 实验室样品, 精确至 0.0002 g, 置于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。移取该溶液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 得试验溶液。取适量试验溶液上机测定, 连续重复进样, 直至所测氯化胆碱峰面积平行, 取平行测定的算术平均值为峰面积测定结果。

(3) 粉剂的测定

称取约 1 g 经 105℃ 干燥 2h 的实验室样品, 精确至 0.0002 g, 于 250 mL 容量瓶中, 加约 200 mL 水, 摇匀, 在 (70±3)℃ 恒温水浴上加热 15 min, 在电动振荡器上振荡 10 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。移取滤液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度, 摇匀得试验溶液。取适量试验溶液上机测定, 连续重复进样, 直至所测氯化胆碱峰面积平行, 取平行测定

的算术平均值为峰面积测定结果。

(4)氯化胆碱标准工作溶液的测定。

取与实验室样品相同进样量的氯化胆碱标准工作溶液上机测定,连续重复进样,直至所测氯化胆碱峰面积平行,取平行测定的算术平均值为峰面积测定结果。

4.3.1.6 结果计算

以质量分数表示的氯化胆碱含量 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A m_0 X_0 n \times 10^{-6}}{A_0 m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——试验溶液中氯化胆碱的峰面积;

A_0 ——氯化胆碱标准工作溶液[4.3.1.5(1)]中氯化胆碱标准样品[4.3.1.2(3)]的峰面积;

n ——试料的稀释倍数;

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——氯化胆碱标准工作溶液中氯化胆碱标准样品质量的数值,单位为微克(μg);

X_0 ——氯化胆碱标准样品的质量分数的数值,单位为百分数(%)。

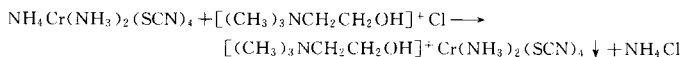
取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的相对偏差不大于1.0%。

4.3.2 雷氏盐重量法

4.3.2.1 方法提要

水剂样品用水稀释作为试验溶液;粉剂样品中的氯化胆碱用水在加热的条件下振荡提取,定容并过滤,取适量滤液作为试验溶液;试验溶液中氯化胆碱与雷氏盐(二氨基四硫代钼酸铵)反应,形成晶状沉淀,用重量法测定氯化胆碱含量。

反应方程式如下:



4.3.2.2 试剂

(1)盐酸溶液:1+4。

(2)氢氧化钠溶液:400 g/L。

(3)雷氏盐(二氨基四硫代钼酸铵)甲醇溶液:同4.1.1.5。

(4)甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

4.3.2.3 仪器

(1)玻璃砂芯坩埚:滤板孔径(4~7) μm 。

(2)电热干燥箱:可控制温度在(105 \pm 2) $^\circ\text{C}$ 。

4.3.2.4 分析步骤

(1)水剂的测定

称取约0.7 g实验室样品,精确至0.0002 g,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取该溶液10.0 mL于100 mL高型烧杯中,加1滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,用盐酸溶液调至紫红色(pH5~pH6),于冰水浴中冷却至5 $^\circ\text{C}$ 以下,继续保持在冰水浴中,在搅拌下,缓慢滴加15 mL雷氏盐甲醇溶液,继续搅拌反应30 min,再静置陈化30 min。将沉淀转移到预先已于(105 \pm 2) $^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚中,减压抽滤,用水洗涤沉淀3~4次,每次用水约10 mL。将装有沉淀的玻璃砂芯坩埚移入(105 \pm 2) $^\circ\text{C}$ 电热干燥箱内,干燥2 h,取出,于干燥器内冷却至室温,称量(沉淀质量应在0.1 g~0.2 g,可适当调整取样量)。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加实验室样品而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

(2)粉剂的测定

称取在(105±2)℃下干燥 2 h 的试样约 1 g,精确至 0.0002 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中,加水 70 mL,摇匀,在约 70℃水浴上加热 15 min,塞紧瓶塞,在电动振荡器上振荡 10 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,移取该滤液 25.0 mL,于 100 mL 高型烧杯中,加 3 mL 氢氧化钠溶液,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,以下按 4.3.2.4(1)的规定进行。

4.3.2.5 结果计算

以质量分数表示的氯化胆碱含量 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 10 \times 0.33045 \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_2 ——沉淀质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——空白试验沉淀质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);

- 0.33045——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;
- 10——试料的稀释倍数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。水剂两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。粉剂两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.8%。

4.4 pH 值的测定

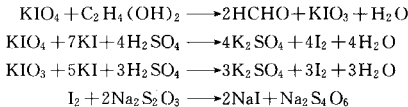
量取适量实验室样品,置于干燥的 100 mL 烧杯中,按 GB/T 9724 的规定进行。

4.5 乙二醇含量的测定

4.5.1 方法原理

高碘酸盐将乙二醇氧化,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料试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的差值得得。

以高碘酸钾为例,反应方程式如下:



4.5.2 试剂

- 4.5.2.1 碘化钾。
- 4.5.2.2 硫酸溶液:1+20。
- 4.5.2.3 高碘酸钾(或高碘酸钠)溶液:4g/L。
- 4.5.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 。
- 4.5.2.5 淀粉指示液:5g/L。

4.5.3 分析步骤

称取约 4.5 g 实验室样品(若试料中乙二醇含量低,可酌情增加),精确到 0.0002 g,置于 250 mL 碘量瓶中,加 25.0 mL 高碘酸钾(或高碘酸钠)溶液,加 25 mL 硫酸溶液,于暗处室温放置 30 min。加 50 mL 水,2 g 碘化钾,摇匀,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色,加入 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液无色为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加实验室样品而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

4.5.4 结果计算

以质量分数表示的乙二醇含量 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1 - V_2)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.5.2.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——试料消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.5.2.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——乙二醇摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=31.04$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.03%。

4.6 总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量的测定

4.6.1 方法提要

样品中游离铵盐、三甲胺等经碱化蒸馏使氨逸出,用过量的盐酸溶液吸收后,以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定,计算总游离胺/氨的含量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硫酸溶液:1+8。

4.6.2.2 氢氧化钠溶液:400 g/L。

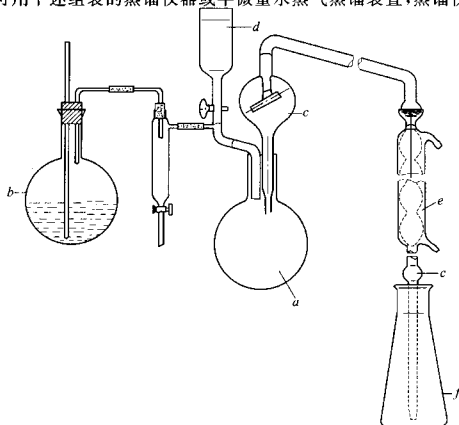
4.6.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

4.6.3 仪器

4.6.3.1 蒸馏仪器:可用下述组装的蒸馏仪器或半微量水蒸气蒸馏装置,蒸馏仪器示意图见图2。



a ——圆底烧瓶,容积为1 L;

b ——水蒸气发生瓶,容积为1 L;

c ——单球防溅球管;

d ——柱形滴液漏斗;顶端开口,容积为100 mL;

e ——阿里因式冷凝管,七球泡型,容积为100 mL,导出管上端有一扩大的球泡,下端为出口;

f ——接受器。

图2 蒸馏仪器示意图

仪器的各部件可用橡皮塞和橡皮管连接,或采用磨砂玻璃接口,磨砂玻璃接口应用弹簧夹子夹住,以保证不漏。若有老化或损坏现象的橡皮管或橡皮塞,应予更换。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 试样处理

称取约 10 g~20 g 实验室样品(总游离胺/氨的量为 10 mg~20 mg),精确至 0.01 g。水剂试样置于圆底烧瓶中,加水至体积约 300 mL;粉剂试样置于具塞三角瓶中,加 100 mL 水,充分混摇,用脱脂棉或滤纸过滤于圆底烧瓶中,用水多次洗涤滤渣,将洗液合并至圆底烧瓶中,使体积约 300 mL。

4.6.4.2 测定步骤

如图 2 所示安装蒸馏仪器。

准确量取 50.0 mL 盐酸溶液,置于接受器中,加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,并使冷凝管的下端插入液面之下,必要时加水调节。

加 20 mL 氢氧化钠溶液(4.6.2.2)于柱形滴液漏斗中,开启漏斗活塞,加氢氧化钠溶液于圆底烧瓶中,当漏斗中氢氧化钠溶液剩余约 2 mL 时,关闭活塞。

向水蒸气发生瓶中加水至总容积的 2/3 处,加 2 mL 硫酸溶液,使溶液呈酸性。开启水蒸气发生瓶的加热装置,用调压器控制加热速度,加热至沸,水蒸气通入圆底烧瓶内,调节水蒸气进入量,使圆底烧瓶中的内容物保持微沸,当蒸馏液收集至约 100 mL 时,稍稍移动接受器,使导出管靠在接受器壁上,用广泛 pH 试纸检验馏出液,馏出液呈中性时,移去热源,用水冲洗冷凝管及其扩大的球泡,洗涤液收集在接受器中,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.2.3)滴定至灰绿色为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加实验室样品而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。
注:使用半微量水蒸气蒸馏装置测定时,可根据仪器使用说明调整测定步骤。

4.6.5 结果计算

以质量分数表示的总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量的 w_1 ,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_0 - V)M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

V_0 空白消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V 试料消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

M 三甲胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=59.1$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

4.7 灰分的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 硫酸。

4.7.1.2 盐酸溶液:1+1。

4.7.2 仪器

高温炉:(800 ± 25)℃。

4.7.3 分析步骤

用盐酸溶液浸泡瓷坩埚 24 h,洗净烘干。

称取约 2 g 实验室样品,精确至 0.0002 g,置于已在(800 ± 25)℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在电炉上缓缓加热至无烟,冷却后,加 0.5 mL 硫酸,继续加热至样品全部炭化,然后将瓷坩埚移入高温炉中,在(800 ± 25)℃下灼烧 1 h,取出,在空气中冷却 1 min,置于干燥器内冷却至室温,称量,再灼烧 30 min,称量至质量恒定。

4.7.4 结果计算

以质量分数表示的灰分 w_5 ，数值以%表示，按式(5)计算：

$$w_5 = \frac{m_3}{m} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

式中：

m_3 ——残渣质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

4.8 重金属(以Pb计)含量的测定

4.8.1 方法提要

在弱酸性条件下，样品中的重金属与硫化钠作用生成棕黑色沉淀，经与同法处理的铅标准溶液比色，做限量试验。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 硝酸。

4.8.2.2 硫酸。

4.8.2.3 盐酸溶液：5%。

4.8.2.4 氨水溶液：10%。

4.8.2.5 乙酸溶液：60 g/L。

4.8.2.6 硫化钠溶液：50 g/L；当溶液变色或出现混浊时重新配制。

4.8.2.7 铅(Pb)标准溶液：0.01 mg/mL；临用前配制。

4.8.2.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈3。

4.8.2.9 酚酞指示液：100 g/L。

4.8.3 仪器

高温炉；可控温在450℃。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 水剂的测定

称取1 g实验室样品，精确至0.01 g，用40 mL水溶解，转入50 mL比色管，加2 mL乙酸溶液，用水稀释至刻度，为试验溶液。在另一比色管中，加2.0 mL铅(Pb)标准溶液，加40 mL水，2 mL乙酸溶液，用水稀释至刻度，为标准比色溶液。

向试验溶液和标准比色溶液分别加入1滴硫化钠溶液，混匀，暗处放置5 min。在白色背景下轴向观察，试验溶液颜色不得深于标准比色溶液。

4.8.4.2 粉剂的测定

称取1 g实验室样品，精确至0.01 g，置于瓷坩埚中，电炉上低温碳化，冷却，加1 mL硝酸和0.5 mL硫酸，浸润，继续于电炉上缓慢加热至白烟散尽，移入450℃高温炉中灼烧2 h，冷却，加4 mL盐酸溶液溶解，过滤，用少量水洗涤坩埚和滤器，洗涤液一并移入50 mL比色管中，加水至30 mL，加1滴酚酞指示液，用氨水溶液调节pH至中性，加5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液，混匀，用水稀释至刻度，为试验溶液。以下按4.8.4.1的规定进行。

4.9 干燥减量的测定

4.9.1 分析步骤

称取约4 g实验室样品，精确至0.0002 g，置于已在(105±2)℃下干燥至恒量的称量瓶中，在(105±2)℃电热干燥箱中干燥2 h，取出，置于干燥器内冷却至室温，称量。

4.9.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_6 ，数值以%表示，按式(6)计算：

$$w_6 = \frac{m - m_4}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_4 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.10 细度的测定

4.10.1 方法提要

使用规定的筛孔直径的试验筛对已知量的样品进行筛分,以样品通过试验筛的筛下物质量占样品质量的百分数即过筛率表示其细度。

4.10.2 仪器

试验筛:GB/T 6003.1中R40/3系列,筛孔直径850 μm 。

4.10.3 分析步骤

称取10g实验室样品,精确至0.01g,置于试验筛中筛分,称量通过试验筛的筛下物质量。

4.10.4 结果计算

以过筛率表示的细度 w_7 ,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_5}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_5 ——试料通过试验筛的筛下物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于1%。

5 检验规则

5.1 检验分出厂检验和型式检验。

5.1.1 水剂产品出厂检验项目为表1技术要求中的氯化胆碱含量、pH值、总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量;粉剂产品出厂检验项目为3.3和表1技术要求中的氯化胆碱含量、总游离胺/氨[以 $(\text{CH}_3)_3\text{N}$ 计]含量、干燥减量、重金属(以Pb计)含量、细度。

5.1.2 型式检验项目为本标准3要求中规定的全部项目。在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

5.2 饲料级氯化胆碱应由生产厂的质量检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量检验合格证证明书,内容包括:产品名称、生产厂名称和厂址、生产批号或生产日期、本标准编号、生产许可证号。

5.3 饲料级氯化胆碱水剂以每釜一次投料生产的产品量为一批。饲料级氯化胆碱粉剂间歇干燥工艺以一釜生产的产品量为一批,连续干燥工艺以同一个混料批的产品量为一批。

5.4 饲料级氯化胆碱的采样单元数按GB/T 6678—2003中6.6的规定确定。

5.5 饲料级氯化胆碱水剂采样时,摇匀产品,将清洁干燥的开口采样管慢慢放入液体中,使管内外液面保持同一水平,到底部时封闭管上端,提出采样管,把采得的样品放入清洁、干燥、具塞的玻璃瓶中,每桶

采样量不少于 100 g。饲料级氯化胆碱粉剂采样时,将采样器自袋口中心垂直插入深度 3/4 处取样,每袋采样量不少于 100 g。将所取样品充分混匀,从中取出 500 g,分装入两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中,粘贴标签并注明:产品名称、生产厂名称、生产批号、取样日期和取样者姓名。一瓶供检验用,一瓶密封保存二个月,备查。

5.6 在进行 4.3 氯化胆碱含量的测定时,应先进行 4.2 六次甲基四胺鉴别试验,当饲料级氯化胆碱中含有六次甲基四胺时,判定整批产品为不合格。

5.7 检验结果的判定按照 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如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中取样进行复核检验。重新检验的结果即使只有一项指不符合本标准要求。则整批产品为不合格品。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 饲料级氯化胆碱包装桶或袋上的标签应符合 GB 10648 的规定。

6.2 饲料级氯化胆碱水剂用镀锌铁桶或聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 200 kg、100 kg,每批次平均每桶净质量不应低于 200.0 kg、100.0 kg;饲料级氯化胆碱粉剂内用塑料袋、外用纸塑袋定量包装,每袋净质量 25 kg、20kg,每批次平均每袋净质量不应低于 25.0 kg、20.0 kg。或根据用户要求包装。每个包装内应附有产品使用说明书。

6.3 饲料级氯化胆碱在运输过程中应防止包装破损,禁止与有毒有害物品混装。饲料级氯化胆碱粉剂在运输过程中应有遮盖物,防日晒雨淋。

6.4 饲料级氯化胆碱水剂应贮存在干燥、避光处,密封保存,在符合本标准规定的贮存条件下,原包装保质期为 24 个月。饲料级氯化胆碱粉剂应贮存在阴凉通风处,在符合本标准规定的贮存条件下,原包装保质期为 18 个月。
