

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 9455—2009
代替 GB/T 9455—1988



2009-05-26 发布

2009-10-01 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

本标准代替 GB/T 9455—1988《饲料添加剂 维生素 A/D₃ 微粒》。

本标准与 GB/T 9455—1988 相比主要变化如下：

- 原标准的名称“维生素 A/D₃ 微粒”修改为“维生素 AD₃ 微粒”；
- 原标准的英文名称“Food additive”修改为“Feed additive”；
- 原标准的适用范围修改为“适用于以饲料添加剂维生素 A 乙酸酯与维生素 D₃ 油为原料，配以一定量的乙氧喹啉及(或)2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)等抗氧化剂，采用明胶和淀粉等辅料，经喷雾法制成的微粒”；
- 增设维生素 A 乙酸酯与维生素 D₃ 的化学名称、分子式、相对分子质量、结构式；
- 本标准增加了规范性引用文件；
- 原标准 5.3“鉴别试验”中增加了“5.3.3 在高效液相色谱法测定维生素 A 乙酸酯和维生素 D₃ 含量时，样品溶液色谱峰的相对保留时间应与对照溶液色谱峰的相对保留时间一致”；
- 原标准第 3 章“产品规格”中删除“VA40 万 IU/g VD₃ 8 万 IU/g”，增加“3.2 维生素 A 乙酸酯 1 000 000 IU/g 维生素 D₃ 200 000 IU/g”以及“3.3 可按客户需求定制”；
- 原标准 4.1“外观和性状”修改为“本品为黄色至棕色微粒。遇热，见光或吸潮后易分解、降解，使含量下降”；
- 原标准 4.2“项目和指标”修改为本标准的 4.2“技术指标”；
- 本标准 4.2“技术指标”中增加重金属和砷检测项目；
- 原标准 5.6“含量测定”修改为本标准的 5.4“含量测定”；
- 原标准第 6 章“检验规则”和第 7 章“标志、包装、运输和贮存”按规范修改为本标准的第 6 章“检验规则”和第 7 章“标签、包装、运输和贮存”；
- 本标准中保质期作为单独一项；内容修订为“原包装在规定的储存条件下保质期为 12 个月(开封后应尽快使用，以免变质)”。

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。

本标准由中国饲料工业协会、浙江医药股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人：马文鑫、粟胜兰、姜红军、朱金林、施育超、梅娜、杨志刚、王春琴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9455—1988。

饲料添加剂 维生素 AD₃ 微粒

1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 AD₃ 微粒的产品规格、技术要求、试验方法、检验规则及其标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以饲料添加剂维生素 A 乙酸酯与维生素 D₃ 油为原料,配以一定量的乙氧喹啉及(或)2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)等抗氧化剂,采用明胶和淀粉等辅料,经喷雾法制成的微粒。本品在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

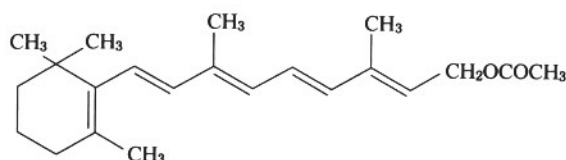
维生素 A 乙酸酯

化学名称:全反式-3,7-二甲基-9-(2,6,6-三甲基-1-环己烯基)-2,4,6,8-壬四烯-1-醇乙酸酯

分子式:C₂₂H₃₂O₂

相对分子质量:328.50(2007年国际相对原子质量)

结构式:



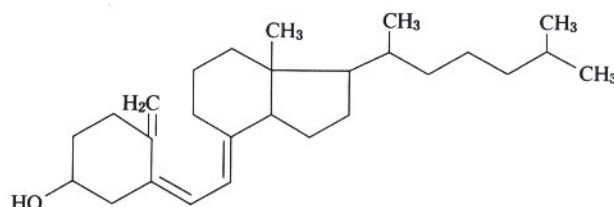
维生素 D₃

化学名称:9,10-开环胆甾-5,7,10(19)-三烯-3β-醇

分子式:C₂₇H₄₄O

相对分子质量:384.65(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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7292 饲料添加剂 维生素 A 乙酸酯微粒
- GB 9691 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 17818 饲料中维生素 D₃ 的测定 高效液相色谱法
- 《中华人民共和国药典》2005 年版

3 产品规格

- 3.1 维生素 A 乙酸酯 500 000 IU/g, 维生素 D₃ 100 000 IU/g。
 3.2 维生素 A 乙酸酯 1 000 000 IU/g, 维生素 D₃ 200 000 IU/g。
 3.3 可按客户需求定制。

4 要求

4.1 外观和性状

本品为黄色至棕色微粒。遇热, 见光或吸潮后易分解、降解, 使含量下降。

4.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目		指 标
含量	维生素 A 乙酸酯(以 C ₂₂ H ₃₂ O ₂ 计)	标示量的 90.0%~120.0%
	维生素 D ₃ (以 C ₂₇ H ₄₄ O 计)	标示量的 90.0%~120.0%
干燥失重/%	≤	5.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	10
砷/(mg/kg)	≤	2
粒度		97%以上通过孔径为 0.6 mm 分析筛

5 试验方法

本标准所用试剂和水, 未注明其要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。色谱分析中所用试剂均为色谱纯和优级纯, 试验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.1 试剂和溶液

- 5.1.1 无水乙醇。
 5.1.2 三氯甲烷。
 5.1.3 三氯化铋。
 5.1.4 乙酸酐。
 5.1.5 硫酸。
 5.1.6 正己烷。
 5.1.7 甲醇(色谱纯)。
 5.1.8 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)。
 5.1.9 无水硫酸钠。
 5.1.10 乙腈(色谱纯)。
 5.1.11 异丙醇(色谱纯)。
 5.1.12 无水乙醚, 不含过氧化物。

警告: 硫酸是强腐蚀液, 操作者需戴防护眼镜、手套, 以防灼伤。

过氧化物检查方法: 用 5 mL 乙醚加 1 mL 10% 碘化钾溶液, 振摇 1 min, 如有过氧化物则放出游离碘, 水层呈黄色。若加 0.5% 淀粉指示液, 水层呈蓝色。该乙醚需处理后使用。

去除过氧化物的方法: 乙醚用 5% 硫代硫酸钠溶液振摇, 静置, 分取乙醚层, 再用蒸馏水振摇洗涤两次, 重蒸, 弃去首尾 5% 部分, 收集馏出的乙醚, 再检查过氧化物, 应符合规定。

- 5.1.13 三氯化铋-三氯甲烷溶液:取三氯化铋 1 g,加三氯甲烷 4 mL 溶解即成。
- 5.1.14 氢氧化钾溶液:500 g/L。
- 5.1.15 抗坏血酸乙醇溶液 5 g/L:称取 0.5 g 抗坏血酸结晶纯品溶解于 4 mL 温热的蒸馏水中,用乙醇稀释至 100 mL,临用前配制。
- 5.1.16 氯化钠溶液:100 g/L。
- 5.1.17 酚酞指示剂乙醇溶液:10 g/L。
- 5.1.18 0.1%氨水溶液(体积分数)。
- 5.1.19 碱性蛋白酶(酶活力每克大于 40 000 单位)。
- 5.1.20 全反式维生素 A 乙酸酯标准品。
- 5.1.21 维生素 D₃ 标准品,含量≥99.0%。
- 5.1.22 维生素 D₃ 标准贮备液:准确称取 50.0 mg 维生素 D₃ 标准品(5.1.21)于 50 mL 棕色容量瓶中,用正己烷(5.1.6)溶解并稀释至刻度,4 ℃ 保存。该贮备液的浓度为每毫升含 1 mg 维生素 D₃。
- 5.1.23 维生素 D₃ 标准工作液:准确吸取维生素 D₃ 标准贮备液(5.1.22),用正己烷(5.1.6)按 1:100 比例稀释,该标准溶液浓度为每毫升含 10 μg(400 IU)维生素 D₃。
- 5.1.24 氮气:99.99%

5.2 仪器和设备

实验室常用设备和仪器:

- 5.2.1 高效液相色谱仪,带紫外可调波长检测器。
- 5.2.2 超声波恒温水浴。
- 5.2.3 恒温水浴锅。
- 5.2.4 圆底烧瓶,带回流冷凝器。
- 5.2.5 粒度分析仪。
- 5.2.6 旋转蒸发器。
- 5.2.7 离心机。
- 5.2.8 φ200×50=0.6/0.5 的试验筛,筛网尺寸为 φ200 mm×50 mm,网孔基本尺寸为 0.6 mm,金属丝直径为 0.5 mm 的金属丝编织网试验筛。

5.3 鉴别试验

- 5.3.1 称取试样 100 mg,用无水乙醇湿润后,在研钵中研磨数分钟,加三氯甲烷 10 mL 搅拌、过滤。取滤液 2 mL 于试管中,加三氯化铋-三氯甲烷溶液 0.5 mL,即显蓝色,并迅即褪去蓝色(维生素 A)。
- 5.3.2 称取试样 100 mg,加三氯甲烷 10 mL,研磨数分钟,过滤,取滤液 5 mL,加乙酸酐 0.3 mL,硫酸 0.1 mL,振摇,初显黄色,渐变红色,迅即变为紫色,最后呈绿色(维生素 D₃)。
- 5.3.3 在高效液相色谱法测定维生素 A 乙酸酯和维生素 D₃ 含量时,样品溶液色谱峰的相对保留时间应与对照溶液色谱峰的相对保留时间一致。

5.4 含量测定

5.4.1 维生素 A 乙酸酯的含量测定

按 GB/T 7292 中维生素 A 乙酸酯含量测定的方法执行。

5.4.2 维生素 D₃ 的含量测定

称取试样约 1 g~2 g(精确至 0.000 1 g),按 GB/T 17818 中维生素 D₃ 含量测定的方法执行。

5.5 干燥失重

5.5.1 测试方法

称取试样约 1 g(精确至 0.000 2 g),置于已干燥至恒量的称量瓶中,打开称量瓶瓶盖,置于 105 ℃ 烘箱中,干燥至恒量。

5.5.2 计算和结果的表示

按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_1 ——样品干燥失重率;
- m_1 ——干燥前的样品加称量瓶质量,单位为克(g);
- m_2 ——干燥后的样品加称量瓶质量,单位为克(g);
- m ——样品的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

5.6 重金属

称取试样约 1.0 g(精确至 0.001 g)于 30.0 mL 瓷坩埚中,用低温加热至完全碳化,然后转入高温炉在 500 ℃~600 ℃ 炽灼至完全灰化,取出冷却;按《中华人民共和国药典》2005 年版附录重金属检查法第二法检查。

5.7 砷

称取试样约 1.0 g(精确至 0.001 g)于 30.0 mL 瓷坩埚中,用低温加热至完全碳化,然后转入高温炉在 500 ℃~600 ℃ 炽灼至完全灰化,取出冷却;按《中华人民共和国药典》2005 年版附录砷盐检查法第一法(古蔡氏法)检查。

5.8 粒度检查

5.8.1 测试方法

称取试样 50 g,倾入 0.6 mm 分析筛上,使用振动筛振摇 3 min~5 min,取筛下物称量。

5.8.2 计算和结果的表示

按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X_2 ——试样通过率;
- m_3 ——筛下物的试样质量,单位为克(g);
- m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

6 检验规则

6.1 组批

本产品以同一条生产线生产、按同样要求混合包装完好的产品为一个“货批”,按批编号。每批产品按标准检验合格后方可出厂。

6.2 抽样

产品以千分之一比例随机抽取,尾数不足一千的以一千计,一次采样不得少于 200 g。样品分二份,一份做感官和理化检验,一份留样备查。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验:外观和性状、含量、干燥失重和粒度为每批必检。

6.3.2 型式检验:至少每半年进行一次。当生产期限相隔半年或原料、工艺发生重大变化或产品质量监督部门提出要求时,则所有指标必须测定一次。

6.4 判定规则

检测结果如有微生物指标不符合本标准要求时不得复检,判该批产品为不合格;其他指标不符合本

标准要求时,可加倍取样复检,复检结果如仍有指标不符合本标准要求时,则该批产品判为不合格。

6.5 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商解决或由法定监督检验部门检验后由仲裁部门进行仲裁。

7 标签、包装、运输和贮存

7.1 标签

- 标签按 GB 10648 执行。

7.2 包装

本产品装入铝箔、聚乙烯袋等适当材质的包装袋中,密封,盛于外包装容器内。

聚乙烯材料卫生指标应符合 GB 9691 标准要求。

7.3 运输

本产品运输过程中应避免日晒雨淋、受热,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。

7.4 贮存

本产品应储存在避光、阴凉、通风、干燥处,严禁与有毒有害的物品混贮。

8 保质期

原包装在规定的储存条件下保质期为 12 个月(开封后应尽快使用,以免变质)。
