

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 9840—2006
代替 GB/T 9840—1988

饲料添加剂 维生素 D₃ 微粒

Feed additive—Vitamin D₃ beadlets

2006-06-09 发布

2006-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准对 GB/T 9840—1988《饲料添加剂 维生素 D₃ 微粒》进行修订。

本标准与 GB/T 9840—1988 的主要差异如下：

- 原标准中的适用范围“以含量 130 万 I·U/g 以上的维生素 D₃ 原油为原料”，本标准改为“以饲料添加剂 维生素 D₃ 油为原料”，同时补充了化学名称、分子式、相对分子质量、化学结构式；
- 本标准增加了规范性引用文件；
- 本标准产品规格改为“500 000 IU/g”，并补充一条“也可根据合同要求确定（含量不低于 300 000 IU/g）”；
- 原标准中的外观与性状为“米黄色或黄棕色”，本标准改为“米黄色至黄棕色”，同时增加“具有流动性”，删去“在 40℃ 水中成乳化状”；
- 原标准规定维生素 D₃ 含量应为“标示量的 85.0~120.0”，本标准改为“标示量的 90.0~120.0”；
- 原标准规定颗粒度应为“100.0% 通过 2 号筛”，本标准改为“100% 通过孔径为 0.85 mm 分析筛，85% 以上通过孔径为 0.42 mm 分析筛。”；
- 原标准中维生素 D₃ 含量测定为内标法，本标准改为外标法，并设置了第一法（仲裁法）和第二法；
- 原标准中“负责期一年”，本标准改为“保质期不低于 12 个月”。

本标准自实施之日起代替 GB/T 9840—1988。

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、浙江花园生物高科股份有限公司、浙江新和成股份有限公司、浙江医药股份有限公司维生素厂。

本标准主要起草人：陈慧华、施杏芬、杨金枢、石锦福、金海丽、卢昆、盛翠凤、邵君芳、梅娜。

饲料添加剂 维生素 D₃ 微粒

1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 D₃ 微粒产品的产品规格、要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输和贮存。

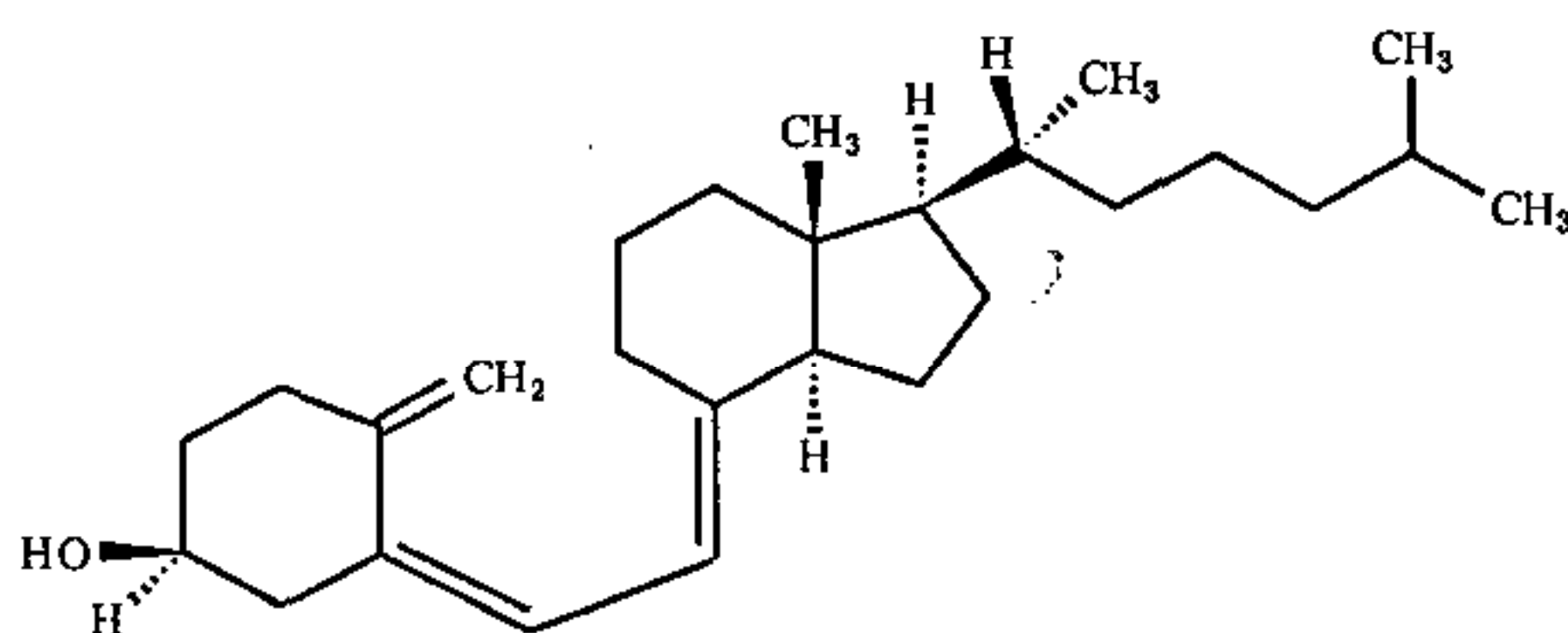
本标准适用于饲料添加剂维生素 D₃ 油为原料,配以一定量 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚(BHT)及(或)乙氧喹啉作稳定剂,采用明胶和淀粉等辅料制成的微粒。本品在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

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(1999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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696)

GB 9691 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准

GB 10648 饲料标签

3 产品规格

3.1 500 000 IU/g。

3.2 产品规格也可根据合同要求确定(但不能低于 300 000 IU/g)。

4 要求

4.1 性状

本品为米黄色至黄棕色微粒,具有流动性。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 的要求。

表 1 技术指标

项 目		指 标
维生素 D ₃ 的含量(为标示量的)/(%)		90.0~120.0
颗粒度	试验筛 $\phi 200 \times 50-0.85/0.5$	100%通过孔径为 0.85 mm 的试验筛
	试验筛 $\phi 200 \times 50-0.425/0.28$	85%以上通过孔径为 0.425 mm 的试验筛
干燥失重/(%)		≤ 5.0

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 三氯甲烷(氯仿)。

5.1.2 乙酸酐。

5.1.3 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。

5.1.4 正己烷。

5.1.5 95%乙醇。

5.1.6 氢氧化钾溶液:500 g/L。注意:氢氧化钾溶液是强腐蚀液,操作者需戴防护眼镜、手套,以防灼伤。

5.1.7 氢氧化钠溶液(NaOH)—1 mol/L。取氢氧化钠适量,加水振摇使溶解成饱和溶液,冷却后,置

5.1.9 酚酞指示液:称取酚酞 1 g,加乙醇(5.1.5)使成 100 mL。

5.1.10 甘油(丙三醇)淀粉润滑剂:称取 22 g 甘油,加入可溶性淀粉 9 g,加热至 140℃并保持 30 min,并不断搅拌,放冷。

5.1.11 氯化钠溶液:100 g/L。

5.1.12 脱脂棉。

5.1.13 无水硫酸钠。

5.1.14 BHT(2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚)。

5.1.15 维生素 D₃ 标准品:含量 $\geq 99.0\%$ 。

5.1.16 0.45 μm 有机滤膜。

5.1.17 正己烷(色谱纯)。

5.1.18 正戊醇(色谱纯)。

5.1.19 无水乙醇。

5.1.20 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$:吸取 90 mL 盐酸于 1 000 mL 水中,摇匀。

5.1.21 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$:吸取盐酸溶液(5.1.20) 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。

5.2 仪器和设备

实验室常用仪器和设备。

5.2.1 高效液相色谱仪,带紫外检测器。

5.2.2 恒温水浴锅。

5.2.3 $\phi 200 \times 50-0.85/0.5$ 的试验筛:筛框尺寸为 $\phi 200 \times 50 \text{ mm}$,网孔基本尺寸为 850 μm ,金属丝直

径为 500 μm 的金属丝编织网试验筛。

5.2.4 φ200×50—0.425/0.28 的试验筛,筛框尺寸为 φ200×50 mm,网孔基本尺寸为 425 μm,金属丝直径为 280 μm 的金属丝编织网试验筛。

5.3 鉴别

称取试样 100 mg(精确至 0.000 2 g),加三氯甲烷(氯仿)(5.1.1)10 mL,研磨数分钟,过滤。取滤液 5 mL,加乙酸酐(5.1.2)0.3 mL,硫酸(5.1.3)0.1 mL,振摇,初显黄色,渐变红色,迅即变为紫色,最后呈绿色。

5.4 颗粒度

称取试样适量,倾入分析筛中,振摇数分钟,取筛下物称量。

颗粒度 X ,以筛下物占试样的质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——筛下物的试料质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

5.5 干燥失重

5.5.1 测试方法

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

5.5.2 计算和结果的表示

干燥失重 X_1 ,以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_2 ——干燥前的试料加称量瓶质量,单位为克(g);

m_3 ——干燥后的试料加称量瓶质量,单位为克(g);

m ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

5.6 维生素 D₃ 含量

5.6.1 测定方法

5.6.1.1 标准贮备液的制备

称取 50 mg 标准品(5.1.15)(精确至 0.000 02 g)于 100 mL 容量瓶中,用正己烷(5.1.4)溶解并定容,摇匀后放于冰箱中保存(不超过 7 d)。该溶液含维生素 D₃ 为 500 μg/mL。

5.6.1.2 标准溶液的制备

精密吸取贮备液(5.6.1.1)1 mL 于 50 mL 容量瓶中,用正己烷(5.1.4)定容摇匀。该溶液含维生素 D₃ 为 10 μg/mL(400 IU/mL)。

5.6.1.3 试样处理

试样处理分为第一法和第二法。第一法为皂化萃取法,第二法为水浴超声法,以第一法作仲裁法。

a) 第一法皂化萃取法(仲裁法)

精确称取维生素 D₃ 微粒试样 0.2 g~0.5 g(相当于 1.0×10^5 IU,精确至 0.000 2 g)于 100 mL 皂化瓶中,加入乙醇(5.1.5)30 mL、L-抗坏血酸溶液(5.1.8)5 mL(临用新配)和氢氧化钾溶液(5.1.6)5 mL(临用新配),置于 90℃水浴回流 30 min。自冷凝管顶端加水冲洗冷凝管内壁 2 次,每次用水

5 mL,取出用流水迅速冷却。将皂化液移至 500 mL 分液漏斗中(分液漏斗活塞涂以甘油淀粉润滑剂(5.1.10),皂化瓶先用水洗 2 次,每次用 5 mL;再用正己烷洗涤 2 次,每次用正己烷 10 mL (5.1.4),洗涤液并入 500 mL 的分液漏斗中,加入 60 mL 正己烷(5.1.4)萃取,萃取时剧烈振摇,静置分层,水层转移至 250 mL 分液漏斗中,再用正己烷(5.1.4)分 2 次萃取,每次 50 mL,弃去水层,收集萃取液于

(5.1.9)不显红色为止(每次用水 50 mL~80 mL 洗涤,洗涤时应缓缓转动,避免乳化)。提取液用铺有脱脂棉(5.1.12)与无水硫酸钠(5.1.13)的漏斗过滤,滤液放入 250 mL 棕色容量瓶,漏斗用正己烷(5.1.4)洗涤 3 次~5 次,洗液并入容量瓶中,再用正己烷(5.1.4)稀释至刻度,摇匀即得试样溶液。

b) 第二法水浴超声法

精确称取维生素 D₃ 微粒试样 0.2 g~0.5 g(相当于 1.0×10⁵ IU,精确至 0.000 2 g)于 250 mL 棕色容量瓶中,加入 10 mL 盐酸溶液(5.1.21),50℃水浴超声 5 min,冷却。加入无水乙醇(5.1.19)为容量瓶的 80%左右,常温超声 5 min,冷却,用无水乙醇(5.1.19)定容。

在 250 mL 分液漏斗中加入 17 mL 盐酸溶液(5.1.20),同时精确加入 25 mL 正己烷(5.1.17)和 25 mL 上述试样溶液,振摇 5 min,弃去水层,取正己烷层以 4 500 r/min 离心 5 min,即得试样上机溶液。

5.6.2 色谱条件

色谱柱:Alltima Silica 内径 4.6 mm,柱长 150 mm,填料粒度 5 μm 的硅胶柱。

流动相:正己烷(5.1.17)和正戊醇(5.1.18)的混合液,V(正己烷)+V(正戊醇)=99.6+0.4。

流速:2.0 mL/min。

检测波长:265 nm。

进样量:100 μL。

5.6.3 预维生素 D₃ 校正因子的测定

精确移取标准贮备液(5.6.1.1)1 mL 至 100 mL 皂化瓶中,加入 3 粒 BHT(5.1.14)和适量正己烷(5.1.4),于 90℃水浴中避光回流 45 min,冷却。用适量正己烷(5.1.4)转移至 50 mL 棕色容量瓶中,用正己烷(5.1.4)定容并摇匀。过 0.45 μm 有机滤膜(5.1.16),用高效液相色谱仪按上述色谱条件进样检测。得到维生素 D₃ 峰面积 A'和预维生素 D₃ 峰面积 A'_{pre}。同样将标准溶液(5.6.1.2)过 0.45 μm 有机滤膜(5.1.16),用高效液相色谱仪按上述色谱条件进样检测,得到维生素 D₃ 峰面积 A 和预维生素 D₃ 峰面积 A_{pre}。

预维生素 D₃ 校正因子(F)按式(3)计算:

$$F = (A - A') / (A'_{pre} - A_{pre}) \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A——标准溶液中维生素 D₃ 的峰面积;

A'——标准溶液 90℃水浴回流后维生素 D₃ 的峰面积;

A'_{pre}——标准溶液 90℃水浴回流后预维生素 D₃ 的峰面积;

A_{pre}——标准溶液中预维生素 D₃ 的峰面积。

5.6.4 试样测定

将试样分析液(5.6.1.3)过 0.45 μm 有机滤膜(5.1.16),按上述色谱条件进行进样分析,得到试样中的维生素 D₃ 峰面积 A_s 和预维生素 D₃ 峰面积 A_{s,pre}。

5.6.5 计算和结果的表示

维生素 D₃ 含量 X₂,以 IU/g 表示,按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{(F \times A_{s,pre} + A_s) \times c_r \times n}{(F \times A_{pre} + A) \times m_s} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

F——预维生素 D₃ 校正因子;

- $A_{s,pre}$ ——试料中预维生素 D₃ 峰面积；
 A_s ——试料中维生素 D₃ 的峰面积；
 A ——标准溶液中维生素 D₃ 的峰面积；
 A_{pre} ——标准溶液中预维生素 D₃ 的峰面积；
 m_s ——称取试料的质量,单位为克(g)；
 c_r ——标准溶液的浓度,单位为国际单位每毫升(IU/mL)；
 n ——试料的稀释倍数。
 计算结果表示至小数点后一位。

5.6.6 允许差

取两次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应不大于 5%。

6 检验规则

6.1 饲料添加剂维生素 D₃ 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出厂检验项目,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。

6.2 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。

6.3 采样方法:抽样需备有清洁、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。

6.4 判定规则:若检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,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的要求时,则整批产品判为不合格品。

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

内衬聚乙烯袋,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

本产品应贮存在清洁的地方,防止日晒、雨淋、受潮,严禁与有毒有害的物品混贮。

8 保质期

- 本产品规定的贮存条件下,保质期不低于 12 个月。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料添加剂 维生素 D₃ 微粒
GB/T 9840—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

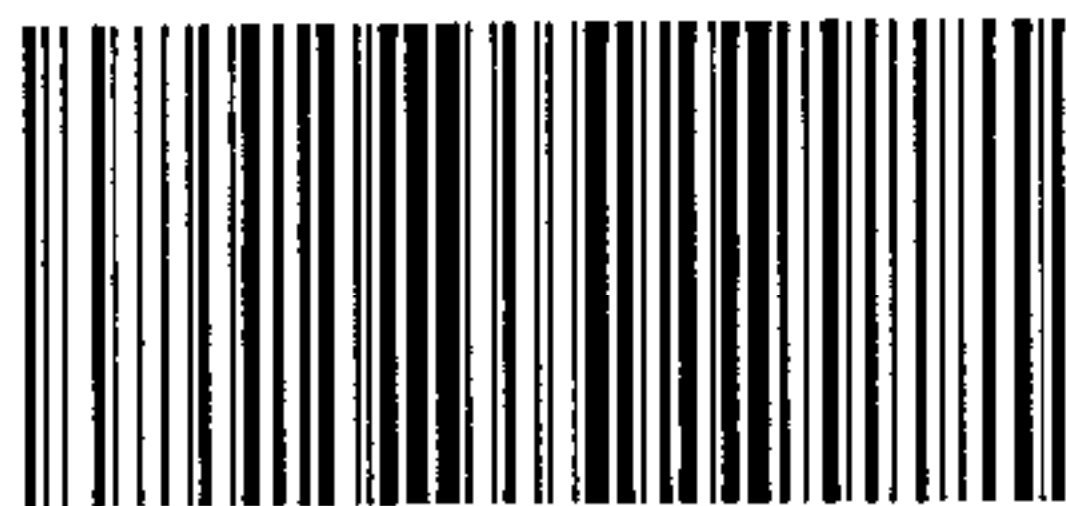
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字

2006年10月第一版 2006年10月第一次印刷

*



GB/T 9840—2006

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