



中华人民共和国国家标准

GB/T 7293—2006
代替 GB/T 7293—2000

饲料添加剂 维生素 E 粉

Feed additive—Vitamin E powder

2006-12-12 发布

2007-03-01 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

本标准是对 GB/T 7293—2000《饲料添加剂 维生素 E 粉》的修订。

本标准与 GB/T 7293—2000 的主要差异如下：

- 更正了维生素 E 的结构式，并增加了化学名；
- 性状表述改为“本品为类白色或淡黄色粉末或颗粒状粉末”；
- 由标示量改为实际含量，由“含量(以 $C_{28}H_{44}O_2$ 计标示量的百分率)，指标 $\geq 99.0\%$ ”改为“含量(以 $C_{28}H_{44}O_2$ 的质量分数计)，指标 $\geq 50.0\%$ ”；
- 增加了用高效液相色谱法测定维生素 E 含量作为第二法，气相色谱法测定维生素 E 含量作为第一法(仲裁法)；
- 增加了卫生指标(重金属、砷)要求及相应的检测方法。

本标准自实施之日起同时代替 GB/T 7293—2000。

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：上海市兽药饲料监察所、帝斯曼维生素(上海)有限公司。

本标准主要起草人：王蓓、商军、沈富林、华贤辉、黄土新、陈晓莉、虞哲高。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7293—2000；
- GB 7293—1987。

饲料添加剂 维生素 E 粉

1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 E 粉产品的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

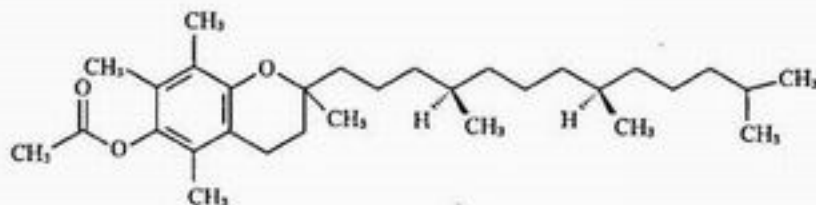
本标准适用于以维生素 E 油为原料,加入符合饲料卫生要求的吸附剂的维生素 E 粉或颗粒状粉,本产品可在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

化学名:DL- α -生育酚醋酸酯

分子式: $C_{51}H_{92}O_2$

相对分子质量:472.75(按 1999 年国际相对原子质量表)

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 3696:1987)

GB 9691 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准

GB 10648 饲料标签

《中华人民共和国药典》2005 年版二部

3 要求

3.1 性状

本品为类白色或淡黄色粉末或颗粒状粉末,易吸潮。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标
干燥失重/(%)	≤ 5.0
粒度	90%通过孔径为 0.84 mm 分析筛
含量(以 $C_{51}H_{92}O_2$ 的质量分数计)/(%)	≥ 50.0
重金属(以 Pb 计)/(%)	≤ 0.001
砷(As)/(%)	≤ 0.000 3

4 试验方法

本标准所用试剂和水,未注明其要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。色谱分析中所用水均为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1 无水乙醇。

4.1.1.2 硝酸。

4.1.2 测定步骤

取维生素 E 粉适量(约相当于维生素 E 15 mg),加无水乙醇(4.1.1.1)10 mL 溶解后,加硝酸(4.1.1.2)2 mL,摇匀,在 75℃ 加热约 15 min,溶液呈橙红色。

4.2 干燥失重

4.2.1 测定步骤

取维生素 E 粉约 1 g~2 g(精确至 0.000 2 g),置于已在 105℃ 烘箱中干燥至恒量的称量瓶中,打开称量瓶盖,于 105℃ 干燥至恒量。

4.2.2 计算和结果的表示

干燥失重 X_1 以质量分数(%)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 ——试样的干燥失重, %;

m_1 ——干燥前的试样加称量瓶质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后的试样加称量瓶质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

4.3 粒度

4.3.1 测定步骤

称取维生素 E 粉适量,倾入分析筛(孔径为 0.84 mm)中,振摇数分钟,取筛下物称量。

4.3.2 计算和结果的表示

粒度以筛下物 X_2 的质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_2 ——粒度, %;

m_2 ——筛下物质量,单位为克(g);

m_1 ——筛上物质量,单位为克(g)。

4.4 维生素 E 含量测定

4.4.1 试剂和溶液

4.4.1.1 甲醇(色谱纯)。

4.4.1.2 维生素 E 标准品(含量 ≥ 99.0%)。

4.4.1.3 正己烷。

4.4.1.4 盐酸溶液:1 mol/L,取 90 mL 盐酸,加水稀释至 1 000 mL。

4.4.2 仪器和设备

4.4.2.1 气相色谱仪,带火焰离子化检测器(FID)。

4.4.2.2 高效液相色谱仪,带紫外检测器(UV)。

4.4.2.3 柱温箱。

4.4.2.4 微孔滤膜,孔径 0.45 μm。

4.4.2.5 超声波水浴器。

4.4.3 第一法(仲裁法) 气相色谱法

4.4.3.1 色谱条件与系统适用性试验

可视情况在 4.4.3.1.1 与 4.4.3.1.2 中任选一种进行测定。

4.4.3.1.1 以硅酮(OV-17)为固定相,涂布浓度为 2%;柱温为 265℃。理论塔板数按维生素 E 峰计算应不低于 500,维生素 E 峰与内标物质峰的分离度应大于 2。

4.4.3.1.2 以甲基硅橡胶(SE-30)为固定相,涂布浓度为 1%~5%;柱温为 240℃~280℃的一个恒定值,进样口温度和检测器温度各为在 270℃~320℃的一个恒定值,理论塔板数按维生素 E 峰计算应不低于 500,维生素 E 峰与内标物质峰的分离度应大于 2。

4.4.3.2 标准溶液制备

4.4.3.2.1 取维生素 E 标准品(4.4.1.2)约 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置具塞锥形瓶中,精密加入内标溶液(4.4.3.3.1)50.00 mL,密塞,振捣使溶解。

4.4.3.2.2 取维生素 E 标准品(4.4.1.2)约 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置具塞锥形瓶中,精密加入内标溶液(4.4.3.3.2)25.00 mL,密塞,振捣使溶解。

4.4.3.3 内标溶液制备

4.4.3.3.1 取正三十二烷适量,加正己烷(4.4.1.3)溶解并稀释成每毫升中含有 5.0 mg 正三十二烷的溶液,摇匀。作为内标溶液。

4.4.3.3.2 取十六酸十六醇酯适量,加正己烷(4.4.1.3)溶解并稀释成每毫升中含有 5.6 mg 十六酸十六醇酯的溶液,摇匀。作为内标溶液。

4.4.3.4 试样溶液制备

取维生素 E 粉约 0.2 g(约相当于维生素 E 0.1 g,精确至 0.000 2 g),置具塞锥形瓶中,加入 20 mL 盐酸溶液(4.4.1.4),在 70℃的超声水浴中助溶 20 min,加入 50 mL 乙醇(4.1.1.1)并精密加入内标溶液(4.4.3.3.1)50.00 mL 或内标溶液(4.4.3.3.2)25.00 mL,密塞,充分混合约 30 min,分层,取上清液待用。

4.4.3.5 测定步骤

取标准溶液(4.4.3.2)及试样溶液(4.4.3.4),分别连续注样 3 次~5 次,每次 0.5 μL~3 μL,按峰面积计算校正因子,并用其平均值计算试样中维生素 E 的含量。

4.4.3.6 计算和结果的表述

4.4.3.6.1 维生素 E 含量 X_1 以质量分数(%)表示,按式(3)、式(4)计算:

$$X_1 = f \times \frac{A_1 \times m_1}{A_2 \times m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$f = \frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X_1 ——试样中维生素 E 含量,%;

f ——维生素 E 的质量校正因子;

A_1 ——标准溶液中内标物的峰面积;

A_2 ——标准溶液中维生素 E 标准品的峰面积;

A_3 ——试样溶液中维生素 E 的峰面积;

A_i ——试样溶液中内标物的峰面积；

m_1 ——标准溶液中内标物的质量，单位为克(g)；

m_2 ——标准溶液中维生素 E 的质量，单位为克(g)；

m_3 ——试样溶液中试样的质量，单位为克(g)；

m_4 ——试样溶液中内标物的质量，单位为克(g)。

4.4.3.6.2 允许误差：同一分析者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对偏差不大于±1.5%。

4.4.4 第二法 高效液相色谱法

4.4.4.1 标准溶液制备

取维生素 E 标准品(4.4.1.2)约 0.1 g(精确至 0.000 2 g)，置 250 mL 棕色量瓶中，加甲醇(4.4.1.1)适量溶解，用甲醇(4.4.1.1)稀释至刻度，摇匀。

4.4.4.2 试样溶液制备

取维生素 E 粉约 0.2 g(约相当于维生素 E 0.1 g，精确至 0.000 2 g)，置 250 mL 棕色量瓶中，加甲醇(4.4.1.1)适量，置超声波水浴中助溶 30 min，冷却至室温，用甲醇(4.4.1.1)稀释至刻度，充分摇匀；经 0.45 μm 滤膜滤过，滤液作为试样溶液。

4.4.4.3 色谱条件与系统适用性试验

4.4.4.3.1 色谱条件

色谱柱： C_{18} 柱(长：150 mm，内径：4.6 mm，粒径：4 μm~5 μm)；

流动相：甲醇+水=98+2；

流速：1.2 mL/min；

柱温：25℃±2℃；

检测波长：285 nm；

进样量：20 μL。

4.4.4.3.2 系统适用性试验

取标准溶液(4.4.4.1)，按色谱条件(4.4.4.3.1)连续注样 3 次~5 次，理论板数按生育酚醋酸酯峰计算应不低于 1 200，生育酚醋酸酯峰和游离生育酚峰的分离度应大于 1.5。

4.4.4.4 测定步骤

取标准溶液(4.4.4.1)及试样溶液(4.4.4.2)分别注入液相色谱仪，得到色谱峰面积(A_s 、 A_i)，用外标法计算。

4.4.4.5 计算和结果的表述

4.4.4.5.1 计算公式

维生素 E 含量 X_i 以质量分数(%)表示，按式(5)计算：

$$X_i = \frac{m_s \times P_s \times A_i}{m_i \times A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

X_i ——试样中维生素 E 含量，%；

m_s ——标准品质量，单位为克(g)；

m_i ——试样质量，单位为克(g)；

P_s ——维生素 E 标准品含量，%；

A_i ——试样溶液中维生素 E 的峰面积；

A_s ——标准溶液中维生素 E 的峰面积。

4.4.4.5.2 允许差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对偏差不大于±1.5%。

4.5 重金属测定

4.5.1 试剂和溶液

4.5.1.1 硝酸铅。

4.5.1.2 硫酸。

4.5.1.3 盐酸。

4.5.1.4 氨溶液；取氨水 400 mL，加水成 1 000 mL。

4.5.1.5 酚酞指示液；取酚酞 1 g，加乙醇 100 mL 溶解，即得。

4.5.1.6 醋酸盐缓冲液：pH3.5，取醋酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解后，加 7 mol/L 盐酸溶液 38 mL，用 2 mol/L 盐酸溶液或 5 mol/L 氨溶液准确调节 pH 至 3.5（电位计指示），用水稀释至 100 mL，即得。

4.5.1.7 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。临用前取混合液（由 1 mol/L 氢氧化钠 15 mL、水 5 mL 及甘油 20 mL 组成）5.0 mL，加上述硫代乙酰胺溶液 1.0 mL，置水浴上加热 20 s，混匀，冷却，立即使用。

4.5.2 仪器和设备

纳氏比色管；应选玻璃质量好、无色（尤其管底）、配对、刻度标线高度一致的纳氏比色管。

4.5.3 标准铅溶液制备

取在 105℃ 干燥至恒量的硝酸铅（4.5.1.1）0.159 8 g（精确至 0.000 2 g），置 1 000 mL 量瓶中，加硝酸（4.1.1.2）5 mL 与水 50 mL 溶解后，加水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，精密量取贮备液 10.00 mL，置 100 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每毫升相当于 10 μg 的铅）。

4.5.4 试样溶液制备

取维生素 E 粉约 2 g（精确至 0.01 g）于瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全碳化，放冷，加硫酸（4.5.1.2）0.5 mL~1 mL，使恰湿润，用低温加热至硫酸（4.5.1.2）除尽后，加硝酸（4.1.1.2）0.5 mL，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，在 550℃ 炽灼使完全灰化，放冷。加盐酸（4.5.1.3）2.0 mL，置水浴上蒸干后加入水 15 mL，滴加氨溶液（4.5.1.4）至对酚酞指示液（4.5.1.5）显中性，再加醋酸盐缓冲液（4.5.1.6）2.0 mL，微热溶解（必要时过滤）。

4.5.5 空白溶液制备

取制备试样溶液的试剂，置瓷器皿中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（4.5.1.6）2.0 mL 与水 15 mL，微热溶解。

4.5.6 测定步骤

取 25 mL 纳氏比色管两支，编号为甲、乙。取空白溶液（4.5.5）移入甲管中，精密加入标准铅溶液（4.5.3）2.00 mL，加水稀释成 25 mL，取试样溶液（4.5.4）移入乙管中，加水稀释成 25 mL。在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液（4.5.1.7）各 2.0 mL，放置 2 min，同置白色衬板上，自上向下透视。

4.5.7 结果判定

甲管与乙管比较，乙管所显颜色浅于甲管，判为符合指标规定。

4.6 砷测定

4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 三氧化二砷。

4.6.1.2 氢氧化钠溶液：20%，称取 20 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中，摇匀，即得。

4.6.1.3 硫酸溶液；取硫酸 57 mL，加水稀释至 100 mL。

4.6.1.4 醋酸铅溶液；取醋酸铅 10 g，加新沸过的冷水溶解后，滴加醋酸使溶液澄清，再加新沸过的冷水使成 100 mL，即得。

4.6.1.5 醋酸铅棉花；取脱脂棉，浸入醋酸铅溶液（4.6.1.4）与水的等容混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100℃ 以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.6.1.6 乙醇制溴化汞溶液；取溴化汞 2.5 g，加乙醇 50 mL，微热使溶解，即得。应置棕色磨口瓶中，在暗处保存。

4.6.1.7 溴化汞试纸：取质地较疏松的中速定量滤纸条浸入乙醇制溴化汞溶液(4.6.1.6)中，1 h后取出，在暗处干燥，即得。本试纸应置棕色磨口瓶中保存。

4.6.1.8 碘化钾溶液：取碘化钾 16.5 g，加水使溶解成 100 mL，即得。应临用新制。

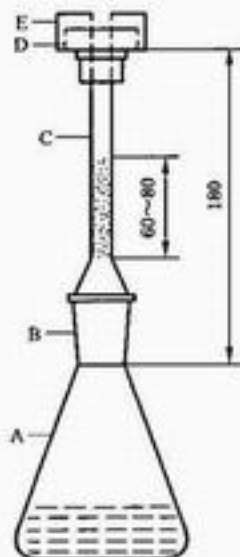
4.6.1.9 无砷锌粒：以能通过 1 号筛的细粒无砷锌粒为宜，如使用锌粒较大时，用量的情增加，反应时间也应延长为 1 h。

4.6.1.10 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，即得。配成后 3 个月即不适用。

4.6.2 仪器和设备

测砷装置：标准磨口锥形瓶、中空的标准磨口塞、导气管、有机玻璃旋塞、有机玻璃旋塞盖(见图 1)。

单位为毫米



- A—100 mL 标准磨口锥形瓶；
 B—中空的标准磨口塞；
 C—导气管(外径 8.0 mm，内径 6.0 mm)，全长约 180 mm；
 D—具孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞；
 E—中央具有四孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞盖。

图 1 测砷装置图

4.6.3 标准砷溶液制备

取在 105℃ 干燥至恒量的三氧化二砷(4.6.1.1) 0.132 g(精确至 0.000 2 g)，置 1 000 mL 量瓶中，加氢氧化钠溶液(4.6.1.2) 5 mL，溶解后，用适量的硫酸溶液(4.6.1.3)中和，再加硫酸溶液(4.6.1.3) 10 mL，加水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，精密量取贮备液 10.00 mL，置 1 000 mL 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得(每毫升相当于 1 μg 的砷)。

4.6.4 试样溶液制备

取维生素 E 粉约 0.67 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全碳化，放冷，加硫酸(4.5.1.2) 0.5 mL ~ 1 mL，使恰湿润，用低温加热至硫酸除尽后，加硝酸(4.1.1.2) 0.5 mL，至氧化氮蒸气除尽后，放冷，在 550℃ 炽灼使完全灰化，放冷。加盐酸(4.5.1.3) 5 mL 与水 21 mL。

4.6.5 标准砷斑溶液制备

精密量取标准砷溶液(4.6.3) 2.00 mL 于瓷坩埚中，照试样溶液制备(4.6.4)项下条件同法操作。

4.6.6 测定步骤

4.6.6.1 测砷装置(见图 1)的准备

取醋酸铅棉花(4.6.1.5) 60 mg ~ 100 mg，撕成疏松状，每次少量，用玻璃棒均匀地装入导气管 C

中,松紧要适度,装管高度为 60 mm~80 mm。用玻璃棒夹取溴化汞试纸(4.6.1.7)1片(其大小能覆盖 D 顶端口径而不露出平面外为宜),置旋塞 D 顶端平面上,盖住孔径,盖上旋塞盖 E 并旋紧。

4.6.6.2 标准砷斑制备

取标准砷斑溶液(4.6.5)移入 A 瓶中,加碘化钾溶液(4.6.1.8)5 mL 与酸性氯化亚锡溶液(4.6.1.10)5 滴,摇匀,在室温放置 10 min 后,加无砷锌粒(4.6.1.9)2 g,立即将准备好的导气管 C 密塞于 A 瓶上,并将 A 瓶置 25℃~40℃水浴中反应 45 min,取出溴化汞试纸,即得。

4.6.6.3 试样液砷斑制备

取试样溶液(4.6.4)移入 A 瓶中,照标准砷斑制备(4.6.6.2)项下自“加碘化钾溶液(4.6.1.8)5 mL”起同法操作。

4.6.7 结果判定

试样液生成的砷斑比标准砷斑色浅,判为符合指标规定。

5 检验规则

5.1 出厂检验:产品出厂时应检验干燥失重和主成分含量。

5.2 型式检验:本标准规定的全部要求为型式检验项目,当产品投产或原材料更换或监督检查或停产半年以上重新生产时,必须进行型式检验。

5.3 本品应由生产厂的质量检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂产品均符合本标准的要求,每批出厂产品都应附有产品合格证。

5.4 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.5 取样方法:抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的试样瓶,瓶上贴有标签,注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期。抽样时,应用清洁适用的抽样器。每批试样抽 2 份,每份抽样量应为检验所需试样的 3 倍量(约 100 g),装入试样瓶或试样袋中,一件送化验室检验,另一件应密封保存,以备仲裁分析用。

5.6 判定规则:若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,则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

标签按 GB 10648 执行。

6.2 包装

包装应使用适当的密封、防潮包装材料,聚乙烯材料卫生指标应符合 GB 9691 的要求。维生素 E 粉每件包装的净含量可根据客户要求。

6.3 运输

本品运输过程中应避免光、防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害的物质混运。

6.4 贮存

本品应贮存在避光、阴凉、通风、干燥处;开启后尽快使用,以免变质。

7 保质期

用符合饲料卫生要求的无机辅料原包装保质期为 24 个月;用符合饲料卫生要求的有机辅料原包装保质期为 12 个月。