

前 言

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家饲料质量监督检验中心（北京）。

本标准主要起草人：赵小阳、王彤、闫惠文、马东霞、孟好、张丽英、杨文军。

饲料添加剂 1%β-胡萝卜素

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 1%β-胡萝卜素产品的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、贮存、运输。

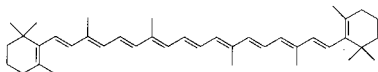
本标准适用于以淀粉、黄豆饼粉为主要原料经微生物发酵、培养、干燥、粉碎得到的含有 1%β-胡萝卜素的产品。

化学名称：(all-E)-1,1'-(3,7,12,16-四甲基)-(1,3,5,7,9,11,13,15,17-十八碳壬烯-1,18-二基)双(2,6,6-三甲基环己烯)

分子式： $C_{40}H_{56}$

相对分子质量：536.88(1999 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5917 配合饲料粉碎粒度测定

GB/T 6435 饲料水分的测定方法

GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB 10648 饲料标签

3 要求

3.1 外观

本品为桔红色均匀细微粉末，略有香味。其有效成分溶于三氯甲烷，石油醚，微溶于环己烷，几乎不溶于水。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

指 标 名 称	指 标
β-胡萝卜素含量(以 $C_{40}H_{56}$ 计)/(%)	≥1.0
铅/(mg/kg)	≤10.0

表 1(续)

指 标 名 称	指 标
砷/(mg/kg)	≤3.0
灼烧残渣/(%)	≤8.0
干燥失重/(%)	≤10.0
粒度	全部通过 0.85 mm 孔径标准筛

4 实验方法

本标准所用试剂和水,除特别注明外,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级用水。标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603。

4.1 试剂和溶液

4.1.1 石油醚(沸程 60℃~90℃)。

4.1.2 环己烷。

4.1.3 硝酸。

4.1.4 高氯酸。

4.1.5 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$;量取 83.3 mL 盐酸,加水至 1 L。

4.1.6 铅标准工作液:按 GB/T 602 铅的配制方法配制,同时稀释成 0.00 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L, 3.00 mg/L, 4.00 mg/L, 5.00 mg/L 的标准系列。

4.2 仪器和设备

4.2.1 紫外分光光度计。

4.2.2 石英池(1 cm)。

4.3 鉴别试验

4.3.1 原理

β -胡萝卜素是共轭双键化合物,在紫外光谱中有三个吸收峰(455 nm、483 nm、340 nm),用 A_{455}/A_{340} 及 A_{455}/A_{483} 的比值来控制 β -胡萝卜素中的顺式异构体及类胡萝卜素。

4.3.2 鉴别方法

4.3.2.1 试液的制备

注意:以下操作过程,需在避光条件下进行。

4.3.2.1.1 试液 A:称取试样约 0.05 g(精确至 0.000 2 g)于研钵中,加石油醚(4.1.1)约 5 mL 研磨,沉淀片刻,移取上清液于 25 mL 棕色容量瓶中,剩下残渣再加入约 5 mL 石油醚(4.1.1)研磨,如此反复多次提取,直至研钵中的试料无色,最后稀释至刻度,摇匀,避光放置。

4.3.2.1.2 试液 B:准确移取试液 A 2 mL,置于 25 mL 棕色容量瓶中,用环己烷(4.1.2)稀释至刻度,摇匀即得。

4.3.2.2 测定

取试液 B(4.3.2.1.2)分别在波长 455 nm $\pm$ 1 nm、483 nm $\pm$ 1 nm 和 340 nm $\pm$ 1 nm 处测定吸收度 A_{455} 、 A_{483} 、 A_{340} , A_{455}/A_{483} 的比值应在 1.14~1.35, A_{455}/A_{340} 的比值应不低于 1.5。

4.4 β -胡萝卜素含量的测定

4.4.1 原理

β -胡萝卜素是共轭双键化合物,在波长 455 nm $\pm$ 1 nm 处有最大吸收,试液于该波长处测定吸收度,以标准百分吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)计算其含量。

4.4.2 分析步骤

4.4.2.1 试液的制备

同 4.3.2.1。

4.4.2.2 测定

取试液 B(4.3.2.1.2)置于 1 cm 石英池中,用紫外分光光度计,在波长 455 nm±1 nm 处测定吸收度 A,以环己烷(4.1.2)为空白对照。

4.4.2.3 结果计算

β-胡萝卜素($C_{40}H_{56}$)含量 X_1 以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A \times V_2}{m_1 \times V_1 \times E_{1\text{cm}}^{1\%}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A——试液 B(4.3.2.1.2)吸收度读数;

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

V_1 ——吸取试液 A(4.3.2.1.1)体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试料溶液稀释的总体积,单位为毫升(mL);

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ——β-胡萝卜素标准品的标准百分吸收系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}=2\ 500$)。

4.4.2.4 允许差

两个平行测定结果绝对值之差,不大于 0.15%。

4.5 铅的测定

4.5.1 分析步骤

4.5.1.1 试样的处理

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于瓷坩锅中缓慢加热至炭化,在 550℃ 高温下加热 4 h,直至试料呈灰白色,用少量水将炭化物湿润,加 5 mL 硝酸(4.1.3),5 mL 高氯酸(4.1.4),电炉上加热至近干涸,冷却,加 10 mL 盐酸溶液(4.1.5),加热至微沸,待溶液稍冷后,转移至 50 mL 容量瓶中,用水多次冲洗坩锅,定容至刻度。过滤,滤液备用。同时做空白试验。

4.5.1.2 工作曲线绘制

将铅标准系列导入原子吸收分光光度计,在波长 283.3 nm 处测定其吸光度。以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

4.5.1.3 测定

将 4.5.1.1 中得到的溶液导入原子吸收分光光度计,按 4.5.1.2 条件测定试料吸光度,同时测定空白溶液的吸光度。由工作曲线求出测定液中铅的浓度。

4.5.1.4 结果计算

试样中铅的含量 X_2 以 mg/kg 表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c \times V_3}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c——由工作曲线求得的试样测定液中铅的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m_2 ——试样质量,单位为克(g);

V_3 ——试样测定液(4.5.1.1)的体积,单位为毫升(mL)。

4.5.1.5 允许差

同一分析者对同一试样同时或快速连续地进行两次测定结果的差值不得超过其平均值的 15%。

4.6 砷的测定

准确称取试样 1 g(准确至 0.000 2 g),准确移取 3 mL 标准溶液,按照 GB/T 8450—1987 测定。

4.7 灼烧残渣的测定

按 GB/T 6438 测定。

4.8 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 测定。

4.9 粒度的测定

按 GB/T 5917 测定。

5 检验规则

5.1 饲料添加剂 β -胡萝卜素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,生产企业应保证所有产品均符合本标准规定的要求。每批产品都应附有产品合格证。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的 β -胡萝卜素产品进行验收,验收时间在货到 1 个月内进行。

5.3 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,瓶上贴有标签并注明:生产厂家、产品名称、批号、取样日期。

抽样时,用清洁适用的取样工具插入料层深度四分之三处,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,装入样品瓶中,一瓶供检验用,一瓶密封保存备查。

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

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

标签按 GB 10648 饲料标签执行。

6.2 包装

本品采用铝薄膜袋或避光密闭容器包装。

6.3 运输

本品在运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本品应贮存在通风、干燥、无污染、无有害物质的地方。

本品在规定的贮存条件下,保质期为 12 个月。
