



中华人民共和国国家标准

GB/T 23180—2008

饲料添加剂 2%*d*-生物素

Feed additive—2%*d*-Biotin

2008-12-31 发布

2009-05-01 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。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、国家饲料质量监督检验中心(北京)、浙江医药股份有限公司新昌制药厂、浙江医药股份有限公司维生药厂。

本标准主要起草人：赵小阳、李兰、虞哲高、王彤、梅娜、杨志刚、王春琴、李永才。

饲料添加剂 2% d-生物素

1 范围

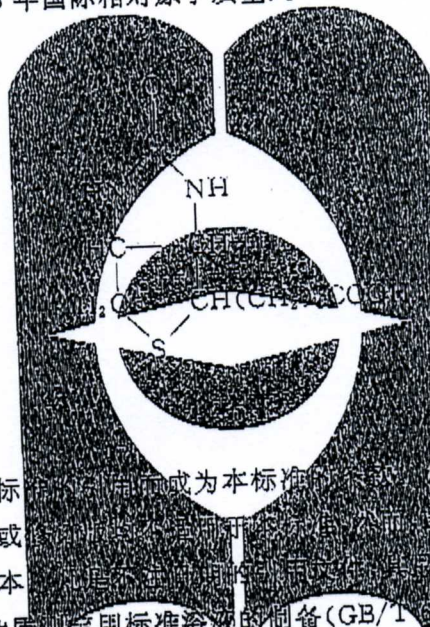
本标准规定了饲料添加剂 2% d-生物素产品的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存等要求。

本标准适用于以淀粉、糊精或乳糖等为载体,用喷雾法和稀释法工艺制得的含有 2% d-生物素的饲料添加剂。

分子式: $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ 。

相对分子质量: 244.39 (2005 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)或修订版本不适用于本标准;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 602—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及试品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 6435 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定(GB/T 6435—2006, ISO 6496:1999, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

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

本品为白色或微黄色的流动性粉末。

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
含量(以 $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ 计)/%	≥ 2.00
干燥失重/%	≤ 8.0
砷/(mg/kg)	≤ 3.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0
粒度	95%通过孔径为 0.18 mm(80 目)分析筛

4 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定,标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

4.1 试剂和溶液

4.1.1 乙腈:色谱纯。

4.1.2 三氟乙酸。

4.1.3 盐酸溶液: $c(HCl) = 3.0 \text{ mol/L}$,量取 250 mL 盐酸于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度。

4.1.4 0.05%三氟乙酸溶液:浓度为 0.05%(体积分数),移取 0.50 mL 三氟乙酸于 1 000 mL 容量瓶中,用超纯水定容至刻度。

4.1.5 提取剂:三氟乙酸溶液(4.1.4)+乙腈(4.1.1)=75+25。

4.1.6 d-生物素对照品:d-生物素含量 $\geq 99.0\%$ 。

4.1.7 d-生物素标准储备溶液:称取约 100 mg(精确至 0.000 01 g)生物素对照品(4.1.6),置于 50 mL 的容量瓶中,用提取剂(4.1.5)溶解,并稀释定容至刻度,摇匀。该标准储备液每毫升含生物素 2.0 mg。

4.1.8 d-生物素标准工作液:准确吸取 d-生物素标准储备液(4.1.7)1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,用提取剂(4.1.5)稀释定容至刻度,摇匀。该标准工作液每毫升含生物素 200 μg 。

4.2 仪器和设备

实验室常用设备和:

4.2.1 超声波水浴。

4.2.2 超纯水装置。

4.2.3 高效液相色谱仪,带紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器)。

4.3 鉴别试验

取试样溶液用高效液相色谱测定,样品溶液主峰的相对保留时间与对照溶液主峰的相对保留时间一致。

4.3.1 试液的制备

称取试样约 0.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加约 40 mL 提取剂(4.1.5),在超声波水浴中超声提取 15 min,冷却至室温,用提取剂(4.1.5)定容至刻度,混匀,过滤,滤液过 0.45 μm 滤膜,供高效液相色谱仪分析。

4.3.2 色谱条件

固定相: C_{18} 柱,内径 4.6 mm,长 250 mm,粒度 3 μm 。

流动相:三氟乙酸溶液(4.1.4)+乙腈(4.1.1)=75+25。

流速:1.0 mL/min。

检测器:紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器),检测波长 210 nm。

进样量:20 μL 。

4.4 d-生物素含量的测定

4.4.1 原理

试样中的 d-生物素用溶剂提取后,注入反相色谱柱上,用流动相洗脱分离,紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器)测定,外标法计算 d-生物素的含量。

4.4.2 分析步骤

4.4.2.1 试液的制备

取试样溶液(4.3.1)供高效液相色谱仪分析。

4.4.2.2 测定步骤

4.4.2.2.1 色谱条件

同 4.3.2。

4.4.2.2.2 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数,向色谱柱中注入 d-生物素标准工作液(4.1.8)及试样溶液(4.3.1),得到色谱峰面积响应值,用外标法定量。

4.4.2.3 结果计算

4.4.2.3.1 试样中 d-生物素($C_{10}H_{16}N_2O_3S$)含量 X 以质量分数(%)表示,按式(1)计算。

$$X = \frac{P_i \times c \times 50}{P_{st} \times m} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

P_i ——试样(4.3.1)峰面积;

c ——d-生物素标准工作液(4.1.8)浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

50——试样(4.3.1)稀释倍数;

P_{st} ——d-生物素标准工作液(4.1.8)峰面积;

m ——试样质量,单位为克(g)。

4.4.2.3.2 平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

4.4.2.4 重复性

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差应不大于 5.0%。

4.5 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 测定。

4.6 砷的测定

4.6.1 称取试样 1 g(精确到 0.000 1 g)于 30.0 mL 瓷坩埚中,加入 5 mL 150 g/L 硝酸镁溶液,混匀,于低温或沸水浴中蒸干,低温炭化至无烟后,转入高温炉于 550 °C 恒温灰化 3.5 h~4.0 h,取出冷却,缓慢加入 10.0 mL 盐酸溶液(4.1.3),待激烈反应过后,煮沸并转移到发生器中,补加 8.0 mL 盐酸,加水至 40.0 mL 左右。

准确吸取 3 mL 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 砷标准工作溶液于发生瓶中,加 10 mL 盐酸,加水稀释至 40 mL,加入碘化钾溶液。

4.6.2 以下按《中华人民共和国药典》(2005 年版二部)砷盐检查法第一法(古蔡氏法)测定。

4.7 重金属的测定

4.7.1 称取试样 1 g(精确到 0.001 g)于 30 mL 瓷坩埚中,低温炭化至无烟后,转入高温炉于 550 °C 恒温灰化 3.5 h~4.0 h,取出冷却,缓慢加入 10 mL 水,煮沸并过滤转移到比色管中,用水少量多次冲洗,定容 25.0 mL。

4.7.2 以下按《中华人民共和国药典》(2005 年版二部)重金属检查法第三法测定。

4.8 粒度

称取试样 50.0 g,使用振动筛,5 min 后留在 0.18 mm 孔径(80 目)分析筛上的试样的质量不得大于 2.5 g。

5 检验规则

5.1 出厂检验

饲料添加剂 2% d-生物素应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验,本标准规定的所有指标为出厂检验项目,生产企业应保证所有 d-生物素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。

5.2 采样方法

抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性的样品瓶,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。

5.3 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、运输和贮存

6.1 标签

按 GB 10648 执行。

6.2 包装

本品准确称量后装入铝箔袋或金属罐中,封口,盛放于外包装容器内,密闭贮存。

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、阴凉、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 18 个月。



GB/T 23180-2008

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-36428

定价: 10.00 元