



中华人民共和国国家标准

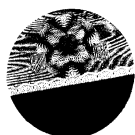
GB/T 25174—2010

饲料添加剂 4',7-二羟基异黄酮

Feed additive—4',7-dihydroxyisoflavone

2010-09-26 发布

2011-01-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料添加剂 4',7-二羟基异黄酮
GB/T 25174—2010

*

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 0.5 字数 9 千字
2010 年 11 月第一版 2010 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-40640 定价 14.00 元

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

前 言

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：南京农业大学、中牧实业股份有限公司。

本标准主要起草人：倪迎冬、杨晓静、赵茹茜、陈杰、付光武、王珍芹、王丽娜。

饲料添加剂 4',7-二羟基异黄酮

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 4',7-二羟基异黄酮的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存的要求。

本标准适用于以间苯二酚、对羟基苯乙酸和原甲酸三乙酯为主要原料经化学合成的饲料添加剂 4',7-二羟基异黄酮。

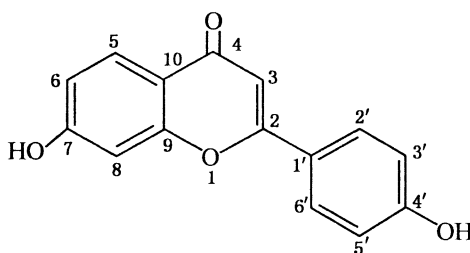
化学名称:4',7-二羟基异黄酮

英文名称:4',7-dihydroxyisoflavone (daidzein)

分子式: $C_{15}H_{10}O_4$

相对分子质量:254.24(2005 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 191 包装储运图示标志

GB/T 6435 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 性状

本品为白色或类白色粉末,无臭、无味。熔点:315℃~323℃。易溶于二甲基甲酰胺,微溶于乙醇,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

项 目	指 标
4',7-二羟基异黄酮/%	≥97.5
水分/%	≤1.0
炽灼残渣/%	≤0.1
总砷/(mg/kg)	≤1
铅/(mg/kg)	≤2

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 14699.1 进行。

4.2 主要仪器和设备

4.2.1 高效液相色谱仪,带紫外检测器。

4.2.2 超声波振荡器。

4.2.3 分析天平,感量 0.01 mg。

4.2.4 马福炉。

4.3 试剂和溶液

除非另有规定,仅使用分析纯试剂,水为去离子水,符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.3.1 三氯化铁。

4.3.2 铁氰化钾。

4.3.3 乙醇:色谱纯。

4.3.4 甲醇:色谱纯。

4.3.5 85%乙醇溶液(乙醇和水的体积比为 85:15)。

4.3.6 55%甲醇溶液(甲醇和水的体积比为 55:45)。

4.3.7 标准样品:4',7-二羟基异黄酮(含量≥98.0%)。

4.3.8 标样工作液:精密称取标准品 0.02 g~0.04 g(精确至 0.01 mg),置于 100 mL 的容量瓶中,加入 85%乙醇溶液适量,超声波振荡 5 min 使试样溶解。用 85%乙醇溶液定容至刻度,摇匀,于 4℃下保存备用,有效期一周。

4.4 鉴别

4.4.1 称取试样 0.2 mg,置小试管中,加乙醇溶液 0.2 mL,在水浴锅上加热 65℃±5℃使溶解,加入 0.5%三氯化铁试液 10 滴,混匀,再加入 0.5%铁氰化钾试液 10 滴,立即出现兰绿色。

4.4.2 在含量测定项下记录的高效液相色谱中,样品主峰的保留时间与标准品峰的保留时间一致。

4.5 4',7-二羟基异黄酮含量的测定

4.5.1 方法提要

试样用 85%乙醇溶液溶解,注入高效液相色谱仪反相色谱仪中进行分离,紫外检测器检测,外标法定量。

4.5.2 液相色谱操作条件

液相色谱操作条件如下:

——色谱柱: C₁₈ 柱: 内径 4.6 mm, 长 250 mm, 粒度 5 μm;

——检测波长: 249 nm;

——流动相: 55%甲醇, 等浓度洗脱;

——流速: 1.0 mL/min;

——进样体积:10 μL 。

4.5.3 测定步骤

4.5.3.1 试样溶液的制备

精密称取试样 0.02 g~0.04 g(精确至 0.01 mg),置于 100 mL 容量瓶中,加入 85%乙醇溶液适量,超声波振荡 5 min 使试样溶解。用 85%乙醇溶液定容至刻度,摇匀,过 0.45 μm 微孔滤膜。

4.5.3.2 测定

按高效液相色谱仪说明书调整色谱的工作参数,向液相色谱柱中依次注入标样工作液(4.3.8)和试样溶液(4.5.3.1),得到色谱峰面积的响应值,用外标法定量。

4.5.4 计算与结果表示

试样中 4',7-二羟基异黄酮 w_1 以质量分数表示,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w_2}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_2 ——试样溶液中 4',7-二羟基异黄酮峰面积;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w_2 ——标样中 4',7-二羟基异黄酮的含量,%;

A_1 ——标样溶液中 4',7-二羟基异黄酮峰面积;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5.5 允许差

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%。

4.6 水分测定

按 GB/T 6435 执行。

4.7 炽灼残渣测定

4.7.1 测定步骤

称取 1.0 g 试样(精确至 0.01 g),置于已在 750 $^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 炽灼至恒重的瓷坩埚内,展平。先用小火缓缓加热至完全炭化,放冷后,加浓硫酸 0.5 mL~1.0 mL,使其湿润,低温加热至硫酸蒸汽除尽后移入马福炉中,在 750 $^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 中炽灼至恒重。

4.7.2 计算

炽灼残渣 w_3 以质量分数表示,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_3 ——坩埚与残渣总质量,单位为克(g);

m_4 ——坩埚质量,单位为克(g);

m_5 ——样品质量,单位为克(g)。

4.8 总砷测定

按 GB/T 13079 执行。

4.9 铅含量测定

按 GB/T 13080 执行。

5 检验规则

5.1 出厂检验

5.1.1 出厂检验项目

性状、4',7-二羟基异黄酮含量。

GB/T 25174—2010

5.1.2 判定规则

检验结果如有一项指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使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。以同班、同原料、同配方的产品为一批,每批产品进行出厂检验。

5.2 型式检验

5.2.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 改变配方或生产工艺;
- b) 正常生产每半年或停产半年后生产;
- c) 国家技术监督部门提出要求时。

5.2.2 型式检查项目为第3章的全部项目。

5.2.3 判定规则:检验结果如有一项指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使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。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

应符合 GB 10648 的规定和要求。

6.2 包装

应采用纸塑复合袋密封包装。

6.3 运输

6.3.1 运输过程中应防止雨淋和受潮。

6.3.2 应按 GB/T 191 的规定清晰标明“怕雨”标志。

6.3.3 不应与有毒物品混运。

6.4 贮存

应贮存在阴凉、干燥、清洁的环境中,避免阳光直射、雨淋和受潮,不应与有毒物品混存。

6.5 保质期

在规定的贮存条件下,保质期为12个月。



GB/T 25174-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40640

定价: 14.00 元