

附件4

NYSL

新 饲 料 和 新 饲 料 添 加 剂 产 品 标 准

NYSL—1003—2025

饲料添加剂 异绿原酸钠

Feed additive—Sodium isochlorogenic acid

2025-06-20 发布

2025-06-20 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由晨光生物科技集团股份有限公司、湖南农业大学、中国农业大学、河北晨光检测技术服务有限公司、河北植物提取创新中心有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：曾建国、徐美利、张炳坤、焦利卫、高伟、连运河、宋伟光、侯丽娟、杨清山、刘秀斌、牛志平、王艳芳、张晓芳。

饲料添加剂 异绿原酸钠

1 范围

本文件规定了饲料添加剂异绿原酸钠的技术要求、取样、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以甜叶菊为原料，经提取、浓缩、分离、成盐、干燥等工艺制得的饲料添加剂异绿原酸钠。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
- 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 13885 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 14699 饲料 取样

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

异绿原酸 isochlorogenic acid

奎尼酸-3、奎尼酸-4、奎尼酸-5位醇羟基同时被两个咖啡酰基取代形成的物质。

注1：异绿原酸包括异绿原酸A（3, 5-二咖啡酰基奎尼酸）、异绿原酸B（3, 4-二咖啡酰基奎尼酸）、异绿原酸C（4, 5-二咖啡酰基奎尼酸）。

注2：异绿原酸为异绿原酸钠的有效成分。

3.2

总异绿原酸含量 isochlorogenic acid content

异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C的含量之和。

4 通用名称、化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

4.1 异绿原酸A钠

通用名称：异绿原酸A钠

化学名称：3, 5-二咖啡酰基奎尼酸钠

分子式： $\text{Na}_2\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{O}_{12}$

相对分子质量：560.419（按2022年国际相对原子质量）

结构式：见图1

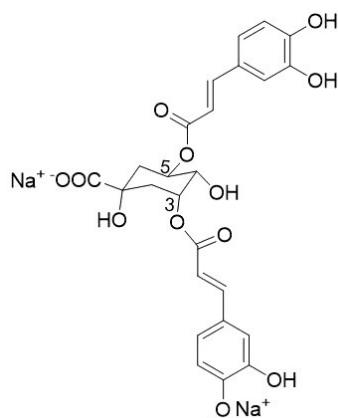


图1 异绿原酸A钠的结构式

4.2 异绿原酸B钠

通用名称：异绿原酸B钠

化学名称：3, 4-二咖啡酰基奎尼酸钠

分子式： $\text{Na}_2\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{O}_{12}$

相对分子质量：560.419（按2022年国际相对原子质量）

结构式：见图2

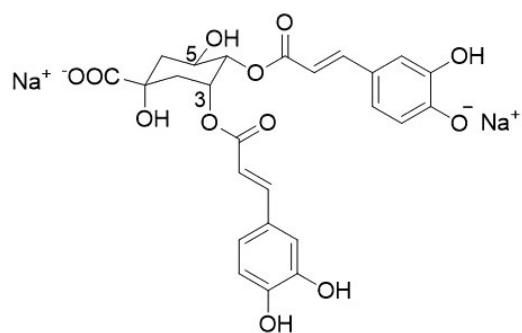


图2 异绿原酸B钠的结构式

4.3 异绿原酸C钠

通用名称：异绿原酸C钠

化学名称：4, 5-二咖啡酰基奎尼酸钠

分子式： $\text{Na}_2\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{O}_{12}$

相对分子质量: 560.419 (按2022年国际相对原子质量)

结构式: 见图3

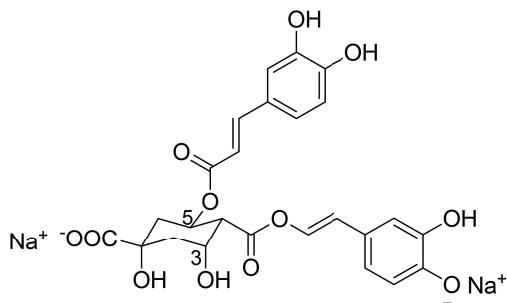


图3 异绿原酸C钠的结构式

5 技术要求

5.1 外观与性状

棕黄色粉末，无肉眼可见杂质，无特殊气味。

5.2 鉴别

试样溶液中异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C、绿原酸、新绿原酸和隐绿原酸保留时间应与标准溶液中相应化合物的保留时间一致。

5.3 技术指标

应符合表1的要求。

表1 技术指标

项 目	指 标
总异绿原酸含量/%	≥50.0
异绿原酸A含量/%	≥12.0
异绿原酸B含量/%	≥8.5
异绿原酸C含量/%	≥20.0
钠/%	5.0~10.5
粗灰分/%	≤19.5
pH (10 g/L水溶液)	5.5~6.5
水分/%	≤7.0
甲醇残留/(mg/kg)	≤1000
乙酸乙酯残留/(mg/kg)	≤2000
总砷(以As计)/(mg/kg)	≤1.0
铅/(mg/kg)	≤1.0

6 取样

按GB/T 14699的规定执行。取样总量不少于500 g。

7 试验方法

除非另有规定，所用试剂均为分析纯试剂，实验用水应符合GB/T 6682中规定的三级水。

7.1 外观与性状

取适量试样，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光下观察其色泽和状态，并嗅其气味。

7.2 鉴别

在异绿原酸含量测定记录的高效液相色谱图中，试样溶液中异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C、绿原酸、新绿原酸和隐绿原酸保留时间应与标准溶液中相应化合物的保留时间一致，相对偏差在±2.5%之内。

7.3 异绿原酸含量

7.3.1 原理

试样中异绿原酸经甲醇溶液提取，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 水：GB/T 6682，一级。

7.3.2.2 甲醇：色谱纯。

7.3.2.3 乙腈：色谱纯。

7.3.2.4 甲酸：优级纯。

7.3.2.5 甲醇溶液（60%）：量取600 mL甲醇，加水稀释至1000 mL，混匀。

7.3.2.6 标准储备溶液（1 mg/mL）：准确称取异绿原酸A（CAS号：2450-53-5，纯度≥95%）、异绿原酸B（CAS号：14534-61-3，纯度≥95%）、异绿原酸C（CAS号：32451-88-0，纯度≥95%）、绿原酸（CAS号：327-97-9，纯度≥95%）、新绿原酸（CAS号：906-33-2，纯度≥95%）、隐绿原酸标准品（CAS号：905-99-7，纯度≥95%）各10 mg（精确至0.01 mg），分别置于10 mL容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀。密封，4℃保存，有效期为3个月。

7.3.2.7 混合标准系列溶液：准确移取适量标准储备溶液（7.3.2.6），用甲醇溶液（7.3.2.5）稀释，配制成浓度分别为1 μg/mL、10 μg/mL、25 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL混合标准系列溶液。临用现配。

7.3.2.8 微孔滤膜：聚四氟乙烯材质，孔径0.45 μm。

7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。

7.3.3.2 分析天平：精度0.1 mg、0.01 mg。

7.3.3.3 超声波清洗器。

7.3.4 试验步骤

7.3.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取0.05 g试样（精确至0.1 mg），置于50 mL容量瓶中，用甲醇溶液(7.3.2.5)超声溶解后，定容，摇匀。准确移取5 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇溶液(7.3.2.5)稀释并定容，摇匀。微孔滤膜(7.3.2.8)过滤，备用。

7.3.4.2 测定

7.3.4.2.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C₁₈柱，柱长250 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm，或性能相当者；
- b)流动相：A相为乙腈(7.3.2.3)+水+甲酸(7.3.2.4)=250+750+1；B相为乙腈(7.3.2.3)+水+甲酸(7.3.2.4)=100+900+1。梯度洗脱程序见表2；
- c) 流速：1.5 mL/min；
- d) 柱温：30℃；
- e) 检测波长：330 nm；
- f) 进样量：10 μL。

表2 梯度洗脱程序

时间 min	A %	B %
0.0	0	100
20.0	100	0
22.0	100	0
23.0	0	100
26.0	0	100

7.3.4.2.2 混合标准系列溶液和试样溶液的测定

在仪器最佳条件下，分别取试样溶液(7.3.4.1)和混合标准系列溶液(7.3.2.7)上机测定。混合标准溶液的高效液相色谱图见附录A。

7.3.4.2.2.1 定性

在相同试验条件下，试样溶液中待测物保留时间与标准系列溶液（浓度相当）的保留时间一致，相对偏差在±2.5%之内。

7.3.4.2.2.2 定量

以标准系列溶液中待测物浓度为横坐标，以色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数不低于0.99。试样溶液中待测物浓度应在标准曲线的线性范围内，若超出线性范围，应将试样溶液用甲醇溶液(7.3.2.5)稀释后，重新测定。

7.3.5 试验数据处理

7.3.5.1 异绿原酸含量

试样中异绿原酸含量以质量分数 w_i 计 ($i=A, B, C$, 分别代表异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C), 数值以百分数(%)表示, 按式(1)计算:

$$w_i = \frac{\rho_i \times V}{m \times 1000} \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

ρ_i ——由标准曲线计算得到的试样溶液中待测物的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——试样溶液定容体积, 单位为毫升 (mL);

m—试样质量, 单位为克 (g);

1000——换算系数。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.3.5.2 总异绿原酸含量

试样中总异绿原酸含量以质量分数 w 计, 数值以百分数 (%) 表示, 按式 (2) 计算:

式中：

w_A ——试样中异绿原酸A的含量, %;

w_B —试样中异绿原酸B的含量, %;

w_C —试样中异绿原酸C的含量, %。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.3.6 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的5%。

7.4 钠

按GB/T 13885的规定执行。

7.5 粗灰分

按GB/T 6438的规定执行。

7.6 pH (10 g/L水溶液)

7.6.1 仪器设备

7.6.1.1 酸度计：精度±0.02。

7.6.1.2 分析天平：精度0.01 g。

7.6.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 $1.00 \text{ g} \pm 0.02 \text{ g}$ （精确至 0.01 g ），用水溶解并定容至 100 mL 。按GB/T 9724规定测定溶液pH。

7.7 水分

按GB/T 6435的规定执行。

7.8 甲醇残留、乙酸乙酯残留

7.8.1 原理

试样中甲醇、乙酸乙酯经N, N-二甲基甲酰胺提取，气相色谱仪测定，外标法定量。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 N, N-二甲基甲酰胺：色谱纯。

7.8.2.2 标准储备溶液：称取甲醇（CAS号：67-56-1，纯度≥99%）、乙酸乙酯（CAS号：141-78-6，纯度≥99%）各0.05 g（精确至0.01 mg），分别置于50 mL容量瓶中，用N, N-二甲基甲酰胺（7.8.2.1）溶解，定容，混匀。4℃保存，有效期为3个月。

7.8.2.3 混合标准中间溶液（100 μg/mL）：分别准确移取甲醇标准储备溶液和乙酸乙酯标准储备溶液（7.8.2.2）各10 mL，置于100 mL容量瓶中，用N, N-二甲基甲酰胺（7.8.2.1）稀释并定容，混匀。临用现配。

7.8.2.4 混合标准系列溶液

准确移取适量混合标准中间溶液（7.8.2.3），用N, N-二甲基甲酰胺（7.8.2.1）稀释，配制成质量浓度分别为0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、10.0 μg/mL混合标准系列溶液，临用现配。

7.8.3 仪器设备

7.8.3.1 气相色谱仪：配氢火焰离子化检测器和顶空进样器。

7.8.3.2 分析天平：精度0.01 mg、0.1 mg。

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取0.5 g试样（精确至0.1 mg），置于20 mL顶空瓶中，用5 mL N, N-二甲基甲酰胺（7.8.2.1）溶解，混匀，用含聚四氟乙烯涂层垫片的铝盖封口。

7.8.4.2 测定

7.8.4.2.1 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：石英毛细管柱，涂层为5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷，柱长30 m，内径0.32 mm，膜厚0.25 μm，或性能相当者；
- b) 载气：氮气；
- c) 载气流速：0.7 mL/min；
- d) 柱温：60℃保持10 min；
- e) 进样口温度：200℃；
- f) 检测器温度：300℃；
- g) 分流比：80:1；
- h) 进样量：1.0 mL。

7.8.4.2.2 顶空进样参考条件

顶空进样参考条件如下：

- a) 试样加热温度: 70°C;
 - b) 试样加热时间: 30 min;
 - c) 定量环温度: 80°C;
 - d) 传输线温度: 80°C。

7.8.4.2.3 混合标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，取混合标准系列溶液（7.8.2.4）分别置于顶空瓶中，用含聚四氟乙烯涂层垫片的铝盖封口，与试样溶液（7.8.4.1）一起置于自动顶空进样器中，用气相色谱仪测定。甲醇和乙酸乙酯混合标准溶液的气相色谱图见附录B。

7.8.4.2.4 定性

在相同试验条件下，以保留时间定性，试样溶液中待测物的保留时间与标准溶液（质量浓度相当）中的保留时间一致，相对偏差在±2.5%之内。

7.8.4.2.5 定量

以标准溶液中待测物浓度为横坐标,以色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其相关系数不低于0.99。试样溶液中待测物浓度应在仪器测定的线性范围内,若超出线性范围,应将试样溶液用N,N-二甲基甲酰胺(7.8.2.1)稀释后,重新测定。

7.8.5 试验数据处理

试样中甲醇或乙酸乙酯的含量以质量分数 w_i 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（3）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

ρ_1 ——由标准曲线计算得到的试样溶液中待测物的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$) ;

V —试样溶液体积, 单位为毫升 (mL) ;

m —试样质量, 单位为克 (g) ;

1000——換算系数

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，保留至整数位。

7.8.6 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的10%。

7.9 总砷(以As计)

按GB/T 13079的规定执行。

7 10 铅

按GB/T 13080的规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同原料、相同工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批。但每批产品不得超过15 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、异绿原酸A含量、异绿原酸B含量、异绿原酸C含量、总异绿原酸含量、水分。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和使用说明书（见附录C）方可出厂。

8.3 型式检验

型式检验项目为第5章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行1次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产3个月以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上一次型式检验结果有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格，判定该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检，复检结果即使有一项指标不符合本文件规定，即判定该批产品不合格。

8.4.3 各项指标极限数值判定按GB/T 8170中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按GB 10648规定执行，见附录D。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。可采用覆膜牛皮纸、铝箔袋等包装材料。

9.3 运输

运输中应保证包装的完整，防止日晒、雨雪侵袭，不应与有毒有害物质共运。

9.4 贮存

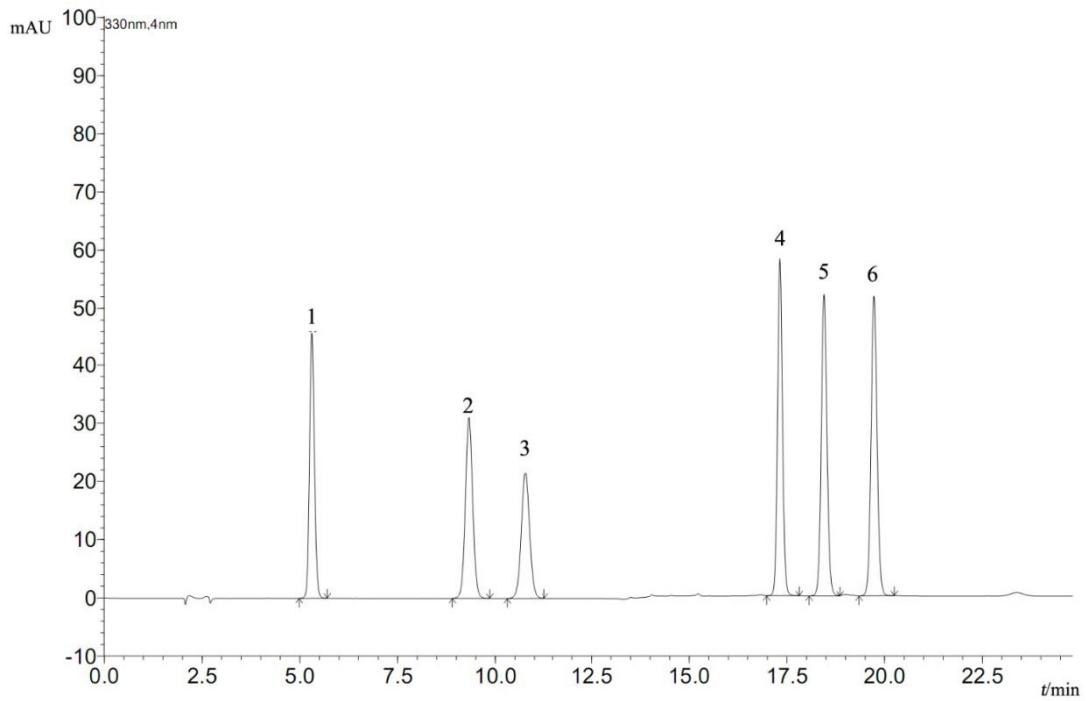
应贮存在清洁、干燥、通风处，防潮、防晒、防虫。不应与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存的条件下，原包装自生产之日起的保质期为24个月。

附录 A
(资料性)
混合标准溶液的高效液相色谱图

混合标准溶液的高效液相色谱图见图A.1。



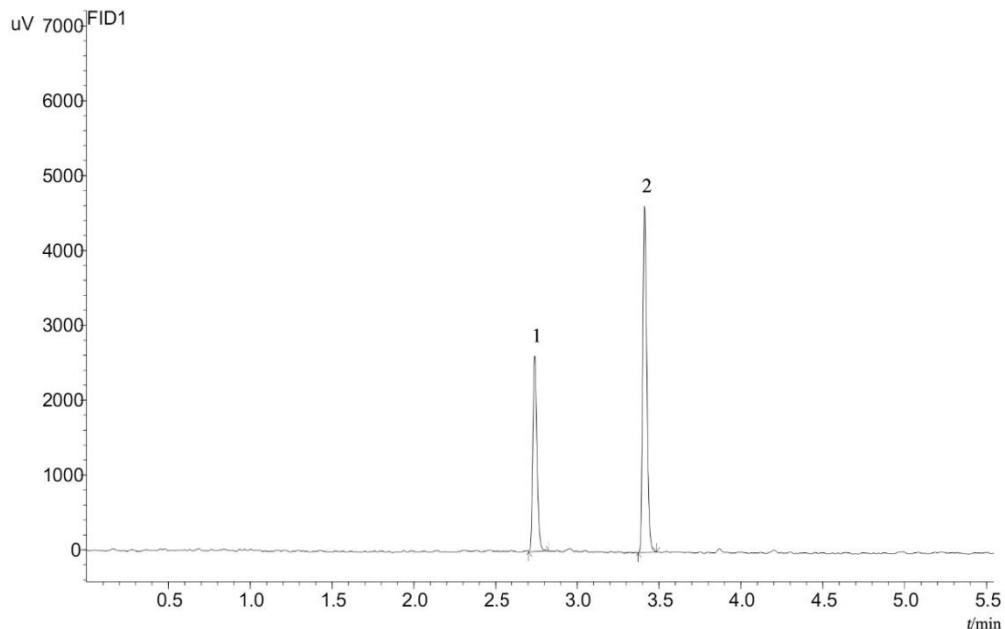
图A.1 混合标准溶液 ($50 \mu\text{g/mL}$) 的高效液相色谱图

标引序号说明:

- 1——新绿原酸;
- 2——绿原酸;
- 3——隐绿原酸;
- 4——异绿原酸B;
- 5——异绿原酸A;
- 6——异绿原酸C。

附录 B
(资料性)
甲醇和乙酸乙酯混合标准溶液的气相色谱图

甲醇和乙酸乙酯混合标准溶液的气相色谱图见图B.1。



图B.1 甲醇和乙酸乙酯 (10 μg/mL) 混合标准溶液的气相色谱图

标引序号说明:

1——甲醇;

2——乙酸乙酯。

附录 C
(规范性)
产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

**饲料添加剂 异绿原酸钠
使用说明书**

【产品名称】异绿原酸钠

【英文名称】Sodium isochlorogenic acid

【有效成分】异绿原酸

【性 状】棕黄色粉末，无肉眼可见杂质，无特殊气味。

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
总异绿原酸含量/%	≥50.0
异绿原酸 A 含量/%	≥12.0
异绿原酸 B 含量/%	≥8.5
异绿原酸 C 含量/%	≥20.0
钠/%	5.0~10.5
粗灰分/%	≤19.5
pH (10 g/L 水溶液)	5.5~6.5
水分/%	≤7.0
甲醇残留/ (mg/kg)	≤1000
乙酸乙酯残留/ (mg/kg)	≤2000
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤1.0
铅/ (mg/kg)	≤1.0

【作用功效】提高动物机体抗氧化能力和免疫力，改善生产性能。

【适用范围】断奶仔猪、产蛋鸡。

【用法与用量】在断奶仔猪配合饲料中推荐添加量为 200~400 mg/kg，在产蛋后期鸡配合饲料中推荐添加量为 100~200 mg/kg，均以产品计。

【净含量】

【保质期】24 个月

【贮 运】仓库保持干燥、通风、防止阳光直射，地面有防潮设施，并注意防虫蛀、鼠害、霉变和污染。运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质及其他污染物混贮、混运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

网址

邮箱

附录 D
(规范性)
产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂 异绿原酸钠
Sodium isochlorogenic acid

【产品名称】异绿原酸钠

【产品成分分析保证值】

项目	指标
总异绿原酸含量/%	≥50.0
异绿原酸A含量/%	≥12.0
异绿原酸B含量/%	≥8.5
异绿原酸C含量/%	≥20.0
钠/%	5.0~10.5
粗灰分/%	≤19.5
pH (10 g/L水溶液)	5.5~6.5
水分/%	≤7.0
甲醇残留/ (mg/kg)	≤1000
乙酸乙酯残留/ (mg/kg)	≤2000
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤1.0
铅/ (mg/kg)	≤1.0

【有效成分】异绿原酸

【作用功效】提高动物机体抗氧化能力和免疫力，改善生产性能。

【适用范围】断奶仔猪、产蛋鸡。

【用法与用量】在断奶仔猪配合饲料中推荐添加量为200~400 mg/kg，在产蛋后期鸡配合饲料中推荐添加量为100~200 mg/kg，均以产品计。

【净含量】

【保质期】24个月

【贮运】仓库保持干燥、通风、防止阳光直射，地面有防潮设施，并注意防虫蛀、鼠害、霉变和污染。运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质及其他污染物混贮、混运。

【生产企业】

注册/生产地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】