



中华人民共和国国家标准

GB 34469—2017

饲料添加剂 β -胡萝卜素(化学合成)

Feed additive— β -Carotene(synthetic)

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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:浙江新和成股份有限公司、浙江省兽药饲料监察所、浙江医药股份有限公司。

本标准主要起草人:杨金枢、张军新、张伟江、杨亚红、朱聪英、任玉琴、施杏芬、励晶晶、贾文霞、梅娜、叶月恒、苏俊芬。



饲料添加剂 β-胡萝卜素(化学合成)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 β-胡萝卜素(化学合成)的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

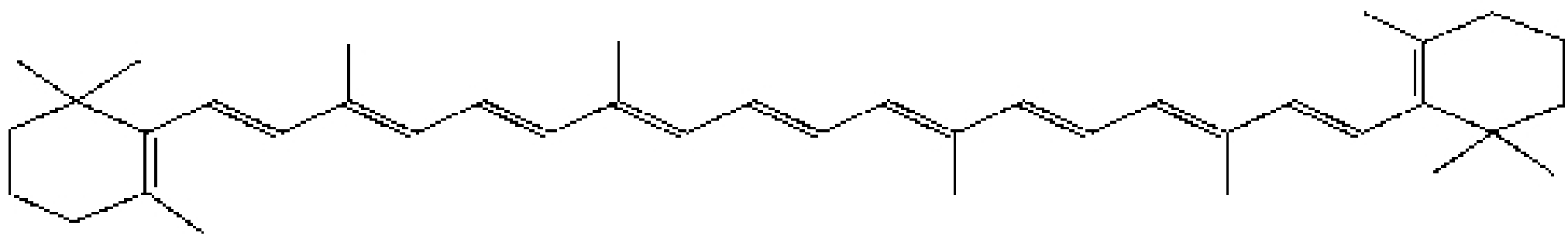
本标准适用于以化学合成法制得的饲料添加剂 β-胡萝卜素(化学合成)。

化学名称:(全反式)-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:C₄₀H₅₆。

相对分子质量:536.88(按 2007 年国际相对原子质量)。

结构式:



2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 14699.1 饲料 采样

3 要求

3.1 外观和性状

本品为红色至红褐色或紫褐色结晶或结晶性粉末,无臭。在空气中易氧化,对光、热不稳定。在三氯甲烷中溶解,在环己烷中微溶,在石油醚中极微溶解,在水、乙醇中几乎不溶。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
β-胡萝卜素含量(以 C ₄₀ H ₅₆ 计)/%	96.0~101.0
熔点/℃	176~182
灼烧残渣/%	≤0.2
干燥失重/%	≤0.2
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤5
总砷(As)/(mg/kg)	≤2



4 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯;色谱和光谱分析中所用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定,其他实验用水符合 GB/T 6682 中三级水的规定;试剂和溶液的制备应符合 GB/T 603 的规定。

4.1 感官检验

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和形态,并嗅其气味。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 三氯甲烷。

4.2.1.2 环己烷(光谱纯)。

4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 分析天平:感量为 0.1 mg。

4.2.2.2 紫外-可见分光光度计。

4.2.3 试样溶液制备

溶液 A:称取试样约 50 mg(精确至 0.1 mg),置 100 mL 棕色容量瓶中,加三氯甲烷(4.2.1.1)10 mL 溶解后,用环己烷(4.2.1.2)稀释至刻度,摇匀。量取 5.00 mL,置 100 mL 棕色容量瓶中,用环己烷(4.2.1.2)稀释至刻度,摇匀,即得。

溶液 B:量取溶液 A 5.00 mL,置 50 mL 棕色容量瓶中,用环己烷(4.2.1.2)稀释至刻度,摇匀,即得。

4.2.4 分析步骤

取溶液 A 和溶液 B,立即在紫外-可见分光光度计中测定,溶液 B 在 455 nm±2 nm、483 nm±2 nm 波长处应有吸收峰,其吸光度比值 $A_{455\text{ nm}}/A_{483\text{ nm}}$ 应为 1.14~1.18;溶液 B 在 455 nm 波长处吸光度与溶液 A 在 340 nm 波长处吸光度比值 $A_{455\text{ nm}}/A_{340\text{ nm}}$ 应不低于 1.5。

4.3 含量

注意:测试溶液制备后应立即测试,并在 1 h 内完成。

4.3.1 原理

β-胡萝卜素是共轭双键化合物,在 455 nm 波长处有最大吸收,试样溶液于该波长处测定吸光度,以分光光度法计算百分含量。

4.3.2 试剂和溶液

同 4.2.1。

4.3.3 仪器和设备

同 4.2.2。

4.3.4 测定方法

取试样溶液 B(4.2.3),以环己烷(4.2.1.2)为空白对照,在波长 455 nm±1 nm 处测定吸光度。

4.3.5 计算和结果的表示

含量 X_1 ,以质量分数表示,数值以 % 计,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A \times 20\,000}{m_1 \times 2\,500 \times 100} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A —— 试样溶液的吸光度;
- m_1 —— 试样质量,单位为克(g);
- 20 000 —— 试样稀释的总体积,单位为毫升(mL);
- 2 500 —— β-胡萝卜素的吸收系数($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留至小数点后一位。
两次平行测定的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 3.0%。

4.4 熔点

4.4.1 仪器和设备

熔点仪。

4.4.2 分析步骤

取“干燥失重”(4.6)项下经干燥的试样适量,置熔点测定用毛细管[简称毛细管,由中性硬质玻璃管制成,长 9 cm 以上,内径 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.10 mm~0.15 mm,一端熔封;当所用温度计浸入传温液(硅油或液状石蜡)在 6 cm 以上时,管长应适当增加,使露出液面 3 cm 以上]中,轻击管壁或借助长短适宜的洁净玻璃管,垂直放在表面皿或其他适宜的硬质物体上,将毛细管自上口放入使自由落下,反复数次,使粉末紧密集结在毛细管的熔封端。装入实验室样品的高度为 3 mm。另将温度计(分浸型,具有 0.5 °C 刻度,经熔点测定用对照品校正)放入盛装传温液的容器中,使温度计汞球部的底端与容器的底部距离 2.5 cm 以上(用内加热的容器,温度计汞球与加热器上表面距离 2.5 cm 以上);加入传温液以使传温液受热后的液面适在温度计的分浸线处。将传温液加热,待温度上升至比规定的熔点低限约低 10 °C 时,将装有实验室样品的毛细管浸入传温液,贴附在温度计上(可用橡皮圈或毛细管夹固定),位置需使毛细管的内容物适在温度计汞球中部;继续加热,调节升温速率为每分钟上升 2.5 °C~3.0 °C,加热时需不断搅拌使传温液温度保持均匀,记录实验室样品在初熔至全熔时的温度,重复测定 3 次,取其

平均值。

本品熔融同时分解,供试品开始局部液化时(或开始产生气泡时)的温度作为初熔温度;供试品固相消失全部液化时的温度作为全熔温度。遇有固相消失不明显时,应以供试品分解物开始膨胀上升时的温度作为全熔温度。某些药品无法分辨其初熔、全熔时,可以其发生突变时的温度作为熔点。

4.5 灼烧残渣

4.5.1 试剂和溶液

硫酸。

注意:硫酸是强腐蚀液,操作者需戴防护眼镜、手套,以防灼伤。

4.5.2 仪器和设备

高温电阻炉。

4.5.3 测定方法

称取试样 2.0 g(精确至 0.1 mg),置于已在 500 °C~600 °C 炽灼至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓加热至完全炭化,冷却后,加硫酸(4.5.1)1.0 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入高温电阻炉中,在 500 °C~600 °C 炽灼至恒重。

4.5.4 计算和结果的表示

灼烧残渣 X_2 ,以质量分数表示,数值以%计,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——试样质量,单位为克(g);

m_3 ——残渣和坩埚的总质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.6 干燥失重

4.6.1 试剂和溶液

五氧化二磷。

4.6.2 仪器和设备

真空干燥箱。

4.6.3 分析步骤

称取试样约 1 g(精确至 0.1 mg),以五氧化二磷(4.6.1)为干燥剂,置于已在 40 °C 减压干燥[压力应在 20 mmHg(1 mmHg=133.322 Pa)以下]至恒重的扁形称量瓶中,40 °C 减压干燥 4 h 后,放入干燥器内冷却至室温,称重。

4.6.4 计算和结果的表示

干燥失重 X_3 ,以质量分数表示,数值以%计,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_6 - m_7}{m_5} \times 100$$

.....(3)

式中：
 m_5 ——试样质量，单位为克(g)；
 m_6 ——干燥前试样和称量瓶的总质量，单位为克(g)；
 m_7 ——干燥后试样和称量瓶的总质量，单位为克(g)。
计算结果保留至一位小数。

4.7 重金属

4.7.1 试剂和溶液

- 4.7.1.1 硝酸。
- 4.7.1.2 盐酸。
- 4.7.1.3 氨水溶液(10%)：按 GB/T 603 制备。
- 4.7.1.4 盐酸溶液 I：取盐酸 63 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.5 盐酸溶液 II：取盐酸 18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.6 氢氧化钠溶液：40 g/L。

注意：氢氧化钠溶液是强腐蚀液，操作者需戴防护眼镜、手套，以防灼伤。

- 4.7.1.7 乙酸盐缓冲液(pH 3.5)：取乙酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液 I (4.7.1.4)38 mL，用盐酸溶液 II (4.7.1.5)或氨水溶液(4.7.1.3)准确调节 pH 至 3.5(电位计指示)，用水稀释至 100 mL，摇匀。
- 4.7.1.8 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 1.0 mL 及混合液[由氢氧化钠溶液(4.7.1.6)15 mL、水 5.0 mL 及甘油 20 mL 组成]5.0 mL，置水浴上加热 20 s，混匀，冷却，立即使用。
- 4.7.1.9 铅标准溶液：1 000 μg/mL。
- 4.7.1.10 铅标准工作液配制：量取铅标准溶液(4.7.1.9)2.00 mL，置 200 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每毫升相当于 10 μg 的 Pb)。
- 4.7.1.11 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.7.2 试样溶液制备

取“灼烧残渣”(4.5)项下遗留的残渣，加硝酸(4.7.1.1)0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸(4.7.1.2)2.0 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加氨水溶液(4.7.1.3)至对酚酞指示液(4.7.1.11)显微红色，再加乙酸盐缓冲液(4.7.1.7)2.0 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加水稀释成 25 mL，作为乙管。

4.7.3 标准比色溶液制备

另取等量制备试样溶液的试剂，置瓷坩埚中蒸干后，加乙酸盐缓冲液(4.7.1.7)2.0 mL 与水 15 mL，微热溶解后，移入纳氏比色管中，加铅标准工作液(4.7.1.10)1.00 mL，再用水稀释成 25 mL，作为甲管。

4.7.4 测定与结果判定

在甲、乙两管中分别加入硫代乙酰胺溶液(4.7.1.8)各 2.0 mL，摇匀，放置 2 min，同置白纸上，自上向下透视，观察比较甲管与乙管的颜色，如乙管所显颜色未深于甲管，则判定为符合规定。

4.8 总砷

4.8.1 试剂和溶液

- 4.8.1.1 盐酸。

4.8.1.2 氧化镁。

4.8.1.3 无砷锌粒：以能通过 1 号筛的无砷锌为宜，如使用锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间延长至 1 h。

4.8.1.4 盐酸溶液：取盐酸 18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.8.1.5 硝酸镁溶液：150 g/L。

4.8.1.6 乙酸铅溶液：取乙酸铅 10 g，加新沸过的冷水溶解后，滴加乙酸使溶液澄清，加新沸过的冷水使成 100 mL，摇匀。

4.8.1.7 碘化钾溶液：165 g/L。本液应临用新配。

4.8.1.8 酸性氯化亚锡溶液：取氯化亚锡 20 g，加盐酸(4.8.1.1)使溶解成 50 mL，滤过，摇匀。本液使用期限为 3 个月。

4.8.1.9 溴化汞试纸：按 GB/T 603 制备，置棕色磨口瓶中保存。

4.8.1.10 乙酸铅棉花：取脱脂棉，浸入乙酸铅溶液(4.8.1.6)与水的等体积混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100 °C 以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.8.1.11 砷标准溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.8.1.12 砷标准工作液配制：量取砷标准溶液(4.8.1.11)5.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，再量取 2.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每毫升相当于 1 μg 的 As)。

4.8.1.13 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.8.2 试样砷斑的制备

称取试样 1.0 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中，加硝酸镁溶液(4.8.1.5)10 mL 和氧化镁(4.8.1.2)1 g，混匀，浸泡 4 h，于低温或水浴上蒸干，用小火缓缓炽灼至完全炭化，放冷，在 550 °C 炽灼使完全灰化，加水 2 mL 湿润灰分，加酚酞指示液(4.8.1.13)1 滴，如显红色，滴加盐酸溶液(4.8.1.4)至红色褪去，移入锥形瓶中，用水 21 mL 分次洗涤瓷坩埚，洗液并入锥形瓶中，再加盐酸(4.8.1.1)5 mL，加碘化钾溶液(4.8.1.7)5 mL 和酸性氯化亚锡溶液(4.8.1.8)5 滴，在室温放置 10 min 后，加无砷锌粒(4.8.1.3)2 g，立即将顶端平面放有溴化汞试纸(4.8.1.9)和装有乙酸铅棉花(4.8.1.10)的导气管密塞于锥形瓶上，并将锥形瓶置于 25 °C~40 °C 水浴中，反应 45 min，取出溴化汞试纸，即得。

4.8.3 标准砷斑的制备

另取制备试样砷斑的试剂，置瓷坩埚中与试样同法处理后，移入锥形瓶中，加盐酸(4.8.1.1)5 mL 与水 21 mL，再精密加入砷标准工作液(4.8.1.12)2 mL，照“试样砷斑的制备”(4.8.2)项下自“加碘化钾溶液”起同法操作。

4.8.4 结果判定

取出溴化汞试纸，肉眼比较砷斑颜色，如试样砷斑颜色未深于标准砷斑颜色，则判定为符合规定。

5 检验规则

5.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

5.2 组批

以相同材料、相同生产工艺连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一个生产批次。

5.3 出厂检验

第3章所列项目中,外观和性状、 β -胡萝卜素含量、熔点、灼烧残渣、干燥失重为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第3章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:

- a) 产品定型时;
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产三个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,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

本品装于适宜的容器中,应在容器中充入惰性气体避光密闭贮存或抽真空避光密闭贮存,包装材料应无毒无害,并符合相应的标准要求。

6.3 运输

本品在运输过程中应避光、防潮、防高温、防止包装破损,不得与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本品应贮存在 25℃ 以下的通风、干燥、避光处,禁止与有毒有害物质混贮,开封后应尽快使用。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,原包装产品保质期为 12 个月。