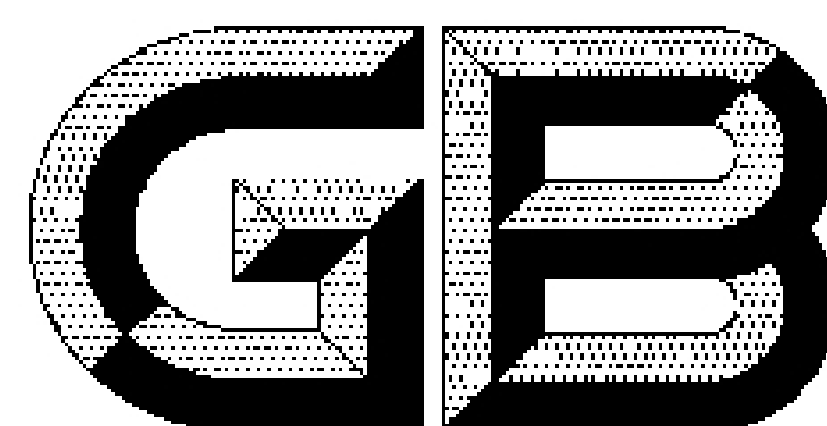




中华人民共和国国家标准

GB 7293—2017
代替 GB/T 7293—2006

饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯(粉)

Feed additive—DL- α -Tocopheryl acetate(powder form)

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。

本标准代替 GB/T 7293—2006《饲料添加剂 维生素 E 粉》。

本标准与 GB/T 7293—2006 相比,主要技术内容差异如下:

- 标准名称更改为《饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯(粉)》;
- 标准适用范围中增加了载体和辅料的要求;
- 化学名由 DL- α -生育酚醋酸酯更改为 DL-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)-6-苯并二氢吡喃醇乙酸酯;
- 原标准第一法(仲裁法)色谱柱更改为毛细管柱,内标物更改为十六酸十六酯;
- 对产品的保质期做了分类规定:在规定的包装、贮存条件下,以有机辅料为载体的产品保质期为 12 个月,以无机辅料为载体的产品保质期为 36 个月。

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:浙江省兽药饲料监察所、中国饲料工业协会、上海市兽药饲料检测所、浙江新和成股份有限公司、浙江医药股份有限公司。

本标准主要起草人:朱聪英、张志健、裘丞军、黄娟、王黎文、吕伟军、商军、蒋音、杨金枢、施东明、姜红军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 7293—1987、GB/T 7293—2000、GB/T 7293—2006。

饲料添加剂
DL- α -生育酚乙酸酯(粉)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯(粉)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。

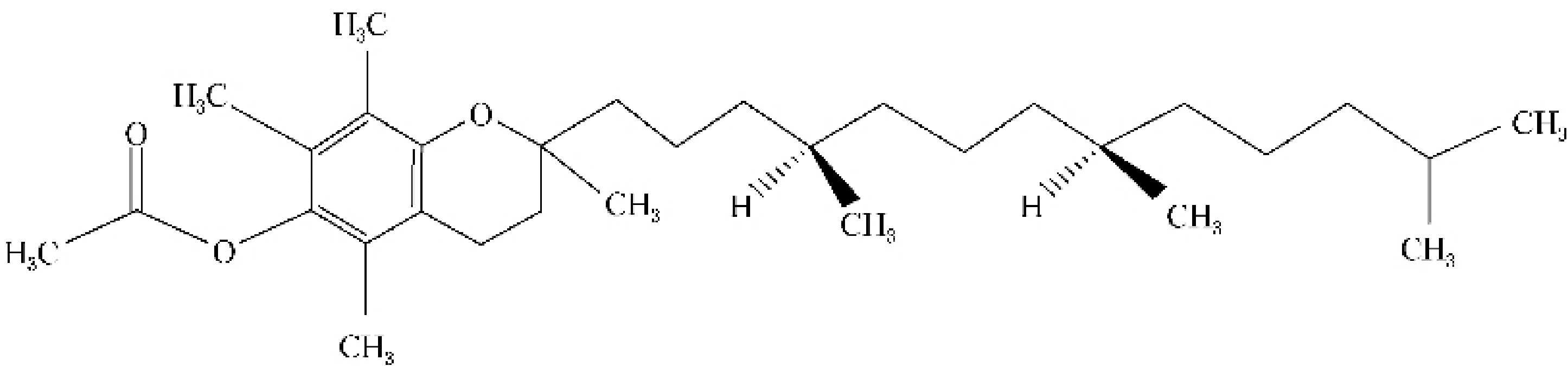
本标准适用于以饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯为原料,配以载体和辅料制成的饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯(粉)。载体和辅料应符合《饲料原料目录》、《饲料添加剂品种目录》以及《饲料卫生标准》的规定。

化学名:DL-2,5,7,8-四甲基-2-(4,8,12-三甲基十三烷基)-6-苯并二氢吡喃醇乙酸酯

分子式: $C_{31}H_{52}O_3$

相对分子质量:472.74(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(包括所有修改单)适用于本文件。



GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 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

本品为类白色或淡黄色粉末或颗粒状粉末,易吸潮。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
DL- α -生育酚乙酸酯含量/%	≥ 50.0
干燥失重/%	≤ 5.0
粒度	90.0%通过孔径为 0.84 mm 分析筛
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10
总砷(As)/(mg/kg)	≤ 3

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,其他试验用水符合 GB/T 6682 中三级水的规定;试剂和溶液的制备应符合 GB/T 601 和 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 无水乙醇。

4.2.1.2 硝酸。

4.2.2 鉴别步骤

称取试样约 30 mg,加无水乙醇(4.2.1.1)10 mL 溶解,加硝酸(4.2.1.2)2 mL,摇匀,在 75 ℃加热 15 min,溶液呈橙红色。

4.3 DL- α -生育酚乙酸酯含量

4.3.1 原理

试样经溶解提取后,用气相色谱仪或高效液相色谱仪进行测定。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 甲醇(色谱纯)。

4.3.2.2 十六酸十六酯(色谱纯)。

4.3.2.3 正己烷(色谱纯)。

4.3.2.4 盐酸溶液:量取 90 mL 盐酸,加水稀释至 1 000 mL。

4.3.2.5 DL- α -生育酚乙酸酯标准品:含量 $\geq 98\%$ 。

4.3.2.6 内标溶液:称取十六酸十六酯(4.3.2.2)适量,加正己烷(4.3.2.3)溶解并稀释成每毫升中含有 3.0 mg 的溶液,摇匀,作为内标溶液。

4.3.2.7 标准溶液 I(气相法):称取 DL- α -生育酚乙酸酯标准品(4.3.2.5)适量(精确至 0.01 mg),置棕

色具塞瓶中,精密加入内标溶液(4.3.2.6)使溶解并稀释成含 DL- α -生育酚乙酸酯约 2 mg/mL 的标准溶液。

4.3.2.8 标准溶液 II (液相法):称取 DL- α -生育酚乙酸酯标准品(4.3.2.5)约 0.1 g(精确至 0.1 mg),置 250 mL 棕色容量瓶中,加甲醇(4.3.2.1)适量溶解,并定容至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 mg。

4.3.3.2 气相色谱仪:配置柱温箱和氢火焰离子化检测器(FID)。

4.3.3.3 高效液相色谱仪:配置紫外检测器(UV)和柱温箱。

4.3.3.4 超声波清洗器。

4.3.4 第一法 气相色谱法(仲裁法)

4.3.4.1 试样溶液制备

称取试样约 0.2 g(精确至 0.1 mg),置具塞锥形瓶中,加入盐酸溶液(4.3.2.4)20 mL,在 70 °C 的水浴超声提取 20 min,加入无水乙醇(4.2.1.1)50 mL 并精密加入内标溶液(4.3.2.6)50 mL,密塞,振摇约 30 min,静置分层,取上层清液待用。

4.3.4.2 参考色谱条件与系统适用性试验

4.3.4.2.1 参考色谱条件

参考色谱条件如下:

- 色谱柱:用 100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱,30 m(长度)×0.25 mm(内径)×(0.25 μ m~0.35 μ m)(膜厚),或相当者;
- 柱箱温度:270 °C~280 °C;
- 进样口温度:290 °C~300 °C;
- 检测器温度:290 °C~300 °C;
- 载气:氮气,纯度 $\geq$ 99.999%;流速 2 mL/min;
- 分流比:20:1;
- 进样量:1 μ L。

4.3.4.2.2 系统适用性试验

取标准溶液 I (4.3.2.7),按色谱条件(4.3.4.2.1)注入气相色谱仪,记录色谱图。理论塔板数按 DL- α -生育酚乙酸酯峰计算应不低于 5 000,DL- α -生育酚乙酸酯峰与内标物峰的分离度应大于 2(谱图参见附录 A)。

4.3.4.3 测定步骤

 取标准溶液 I (4.3.2.7)及试样溶液(4.3.4.1),分别连续注样 3 次~5 次,按峰面积计算校正因子,并用其平均值计算试样中 DL- α -生育酚乙酸酯的含量。

4.3.4.4 结果计算与表示

DL- α -生育酚乙酸酯含量 X_3 ,以质量分数(%)表示,按式(1)、式(2)计算:

$$f = \frac{A_1 \times m_5 \times P_{st}}{A_2 \times m_6}$$

.....(1)

$$X_3 = f \times \frac{A_3 \times m_7}{A_4 \times m_8} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- f ——DL- α -生育酚乙酸酯的质量校正因子；
- P_{st} ——DL- α -生育酚乙酸酯标准品纯度，%；
- A_1 ——标准溶液中内标物的峰面积；
- A_2 ——标准溶液中 DL- α -生育酚乙酸酯的峰面积；
- A_3 ——试样溶液中 DL- α -生育酚乙酸酯的峰面积；
- A_4 ——试样溶液中内标物的峰面积；
- m_5 ——DL- α -生育酚乙酸酯的质量，单位为克(g)；
- m_6 ——标准溶液中内标物的质量，单位为克(g)；
- m_7 ——试样溶液中内标物的质量，单位为克(g)；
- m_8 ——试样的质量，单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留 3 位有效数字，两次平行测定的绝对差值应不大于其算术平均值的 3%。

4.3.5 第二法 高效液相色谱法

4.3.5.1 试样溶液制备

称取试样约 0.2 g(精确至 0.1 mg)，置 250 mL 棕色容量瓶中，加甲醇(4.3.2.1)200 mL，置超声波清洗器中超声提取 30 min，冷却至室温，用甲醇(4.3.2.1)定容至刻度，摇匀，过 0.45 μ m 滤膜，滤液作为试样溶液。

4.3.5.2 色谱条件与系统适用性

4.3.5.2.1 参考色谱条件

参考色谱条件如下：

- 色谱柱： C_{18} 柱，柱长 150 mm，内径 4.6 mm，粒径 4 μ m~5 μ m 或性能相当者；
- 流动相：甲醇(4.3.2.1)+水=98+2；
- 流速：1.2 mL/min；
- 柱温：30 $^{\circ}$ C $\pm$ 2 $^{\circ}$ C；
- 检测波长：285 nm；
- 进样量：20 μ L。

4.3.5.2.2 系统适用性试验

取标准溶液 II(4.3.2.8)，按色谱条件(4.3.5.2.1)分别连续注样 3 次~5 次。理论塔板数按 DL- α -生育酚乙酸酯峰计算应不低于 1 200，DL- α -生育酚乙酸酯峰与 DL- α -生育酚峰的分离度应大于 1.5(谱图参见附录 B)。

4.3.5.3 测定步骤

取标准溶液 II(4.3.2.8)及试样溶液(4.3.5.1)分别注入高效液相色谱仪，得到色谱峰面积(A_{st} 、 A_i)，用外标法计算。

4.3.5.4 结果计算与表示

DL- α -生育酚乙酸酯含量 X_4 ，以质量分数(%)表示，按式(3)计算：

$$X_4 = \frac{m_{st} \times A_i \times P_{st}}{A_{st} \times m_i}$$

.....(3)

式中：
 m_{st} ——DL- α -生育酚乙酸酯的质量，单位为克(g)；
 m_i ——试样的质量，单位为克(g)；
 P_{st} ——DL- α -生育酚乙酸酯标准品纯度，%；
 A_i ——试样溶液中 DL- α -生育酚乙酸酯的峰面积；
 A_{st} ——标准溶液中 DL- α -生育酚乙酸酯的峰面积。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留 3 位有效数字，两次平行测定的绝对差值应不大于其算术平均值的 3%。

4.4 干燥失重

4.4.1 仪器设备

- 4.4.1.1 分析天平：感量 0.1 mg。
- 4.4.1.2 称量瓶：由耐腐蚀金属或玻璃制成，带盖。
- 4.4.1.3 电热干燥箱：温度可控制在 105 ℃±2 ℃。

4.4.2 测定步骤

称取试样约 1 g~2 g(精确至 0.1 mg)，置于已在 105 ℃干燥箱中干燥至恒重的称量瓶中，打开称量瓶盖，于 105 ℃干燥至恒重。

4.4.3 结果计算与表示

干燥失重 X_1 ，以质量分数(%)表示，按式(4)计算：

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

.....(4)

式中：
 m_1 ——干燥前的试样加称量瓶质量，单位为克(g)；
 m_2 ——干燥后的试样加称量瓶的质量，单位为克(g)；
 m ——试样质量，单位为克(g)。
计算结果表示至小数点后一位。

4.5 粒度

4.5.1 仪器设备

- 4.5.1.1 分析天平：感量 0.01 g。
- 4.5.1.2 标准试验筛：孔径为 0.850 mm。



4.5.2 测定步骤

称取试样约 50 g，倾入试验筛中，振摇数分钟，取筛下物称量。

4.5.3 结果计算与表示

粒度 X_2 ，以筛下物的质量分数(%)表示，按式(5)计算：

$$X_2 = \frac{m_3}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_3 ——筛下物的质量，单位为克(g)；

m_4 ——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.6 重金属

4.6.1 试剂与溶液

4.6.1.1 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。

4.6.1.2 硝酸。

4.6.1.3 盐酸。

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

4.6.1.5 氢氧化钠溶液：40 g/L。

注意：氢氧化钠是强腐蚀液，操作者需戴防护眼镜、手套，以防灼伤。

4.6.1.6 氨水溶液(10%)：按 GB/T 603 制备。

4.6.1.7 盐酸溶液 I：取盐酸 63 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

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

4.6.1.9 硫代乙酰胺溶液：称取硫代乙酰胺 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 及氢氧化钠-甘油混合液[由氢氧化钠溶液(4.6.1.5)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。

4.6.1.10 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 (4.6.1.7)38 mL，用盐酸溶液 II (4.6.1.8)或氨水溶液(4.6.1.6)准确调节 pH 至 3.5(电位计指示)，用水稀释至 100 mL，摇匀。

4.6.1.11 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.6.1.12 铅标准工作液配制：吸取铅标准溶液(4.6.1.4)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)。

4.6.2 测定与结果判定

4.6.2.1 试样溶液制备

称取试样 2 g(精确至 0.01 g)，置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷，加硫酸(4.6.1.1)0.5 mL～1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 550 $^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全灰化，放冷，加硝酸(4.6.1.2)0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸(4.6.1.3)2.0 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加氨水溶液(4.6.1.6)至对酚酞指示液(4.6.1.11)显微红色，再加乙酸盐缓冲液(4.6.1.10)2.0 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管，加水稀释成 25 mL，作为乙管。

4.6.2.2 标准比色溶液制备

另取制备试样溶液的试剂，置瓷坩埚中蒸干后，加乙酸盐缓冲液(4.6.1.10)2.0 mL 与水 15 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加铅标准工作液(4.6.1.12)2.00 mL，再用水稀释成 25 mL，作为甲管。

4.6.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.6.1.9)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。

4.7 总砷

4.7.1 试剂与溶液

4.7.1.1 盐酸。

4.7.1.2 氧化镁。

4.7.1.3 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。

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

4.7.1.5 硝酸镁溶液:150 g/L。

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

4.7.1.7 碘化钾溶液:165 g/L。本液应临用新配。

4.7.1.8 酸性氯化亚锡溶液:取氯化亚锡20 g,加盐酸(4.7.1.1)使溶解成50 mL,滤过,摇匀。本液使用期限为3个月。

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

4.7.1.10 酚酞指示液:按GB/T 603制备。

4.7.1.11 砷标准工作液配制:吸取砷标准溶液(4.7.1.4)5.00 mL,置100 mL量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再吸取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)。

4.7.1.12 溴化汞试纸:按GB/T 603制备,置棕色磨口瓶中保存。

4.7.1.13 乙酸铅棉花:取脱脂棉,浸入乙酸铅溶液(4.7.1.9)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 $^{\circ}\text{C}$ 以下干燥后,贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.7.2 测定与结果判定

4.7.2.1 试样砷斑的制备

取试样1.0 g(精确至0.01 g)于瓷坩埚中,加硝酸镁溶液(4.7.1.5)10 mL和氧化镁(4.7.1.2)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 $^{\circ}\text{C}$ 炽灼使完全灰化,加适量水湿润灰分,加酚酞指示液(4.7.1.10)1滴,如显红色,滴加盐酸溶液(4.7.1.6)至红色褪去,再加盐酸(4.7.1.1)5 mL与水21 mL,移入锥形瓶中,加碘化钾溶液(4.7.1.7)5 mL与酸性氯化亚锡溶液(4.7.1.8)5滴,在室温放置10 min后,加无砷锌粒(4.7.1.3)2 g,立即将顶端平面放有溴化汞试纸(4.7.1.12)和装有乙酸铅棉花(4.7.1.13)的导气管密塞于锥形瓶上,并将锥形瓶置于25 $^{\circ}\text{C}$ ~40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中,反应45 min,取出溴化汞试纸,即得。

4.7.2.2 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,加盐酸(4.7.1.1)5 mL与水21 mL,置锥形瓶中,再吸取砷标准工作液(4.7.1.11)3.00 mL,照“试样砷斑的制备”(4.7.2.1)项下自“加碘化钾溶液”起同法操作。

4.7.2.3 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,判定为符合规定。

5 检验规则

5.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 执行。

5.2 组批

以相同原料、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、干燥失重、粒度、DL- α -生育酚乙酸酯含量为出厂检验项目。

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,亦应进行型式检验:

- 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

应符合 GB 10648 的规定。

6.2 包装

采用密闭、避光包装,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,不得与有毒有害的物质混运。

6.4 贮存

本品应贮存在 25 °C 以下的通风、干燥、避光处,禁止与有毒有害物质混贮。

7 保质期

在规定的包装、贮存条件下,以有机辅料为载体的产品保质期为 12 个月,以无机辅料为载体的产品保质期为 36 个月。

附 录 A
(资料性附录)

DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的毛细管气相色谱图

DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的毛细管气相色谱图见图 A.1。

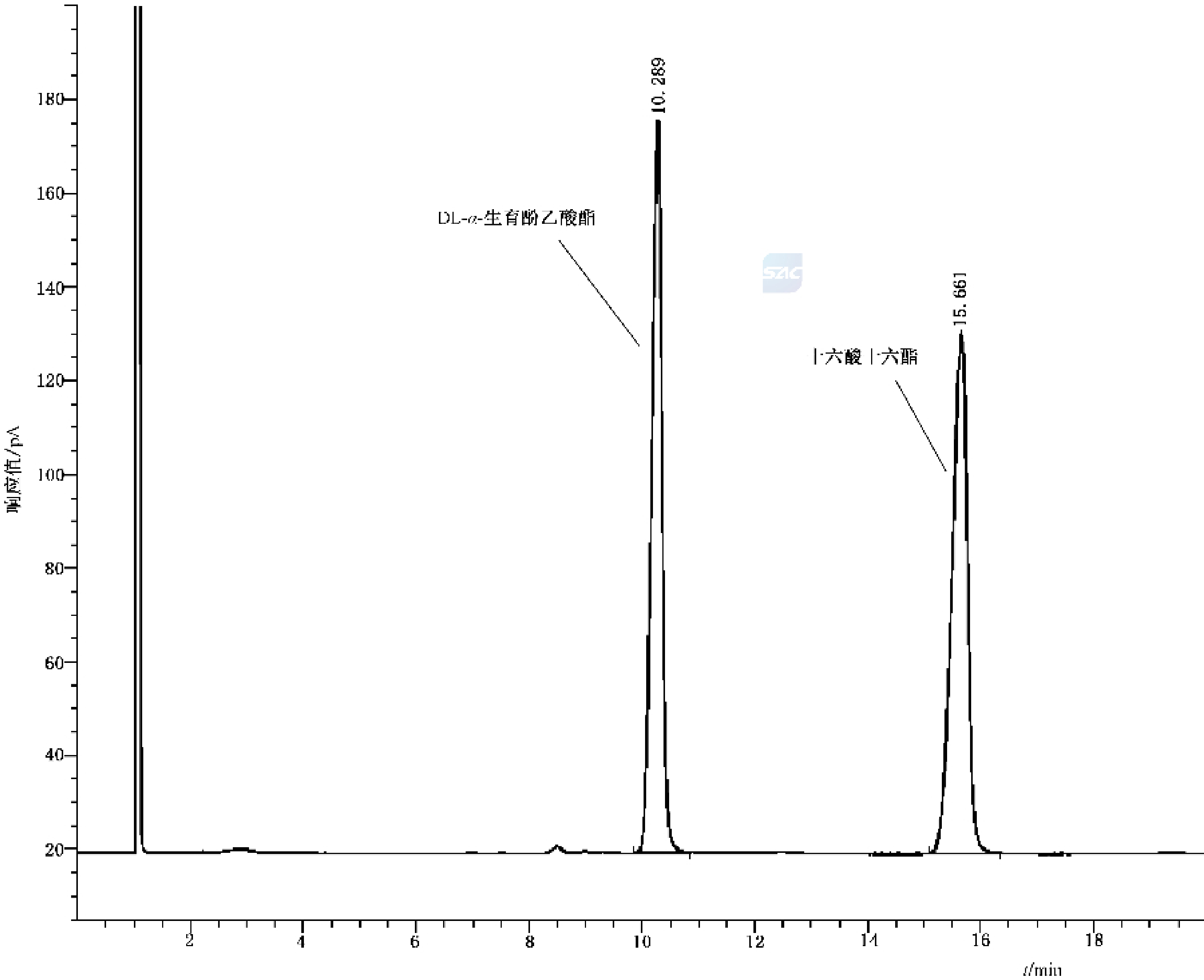
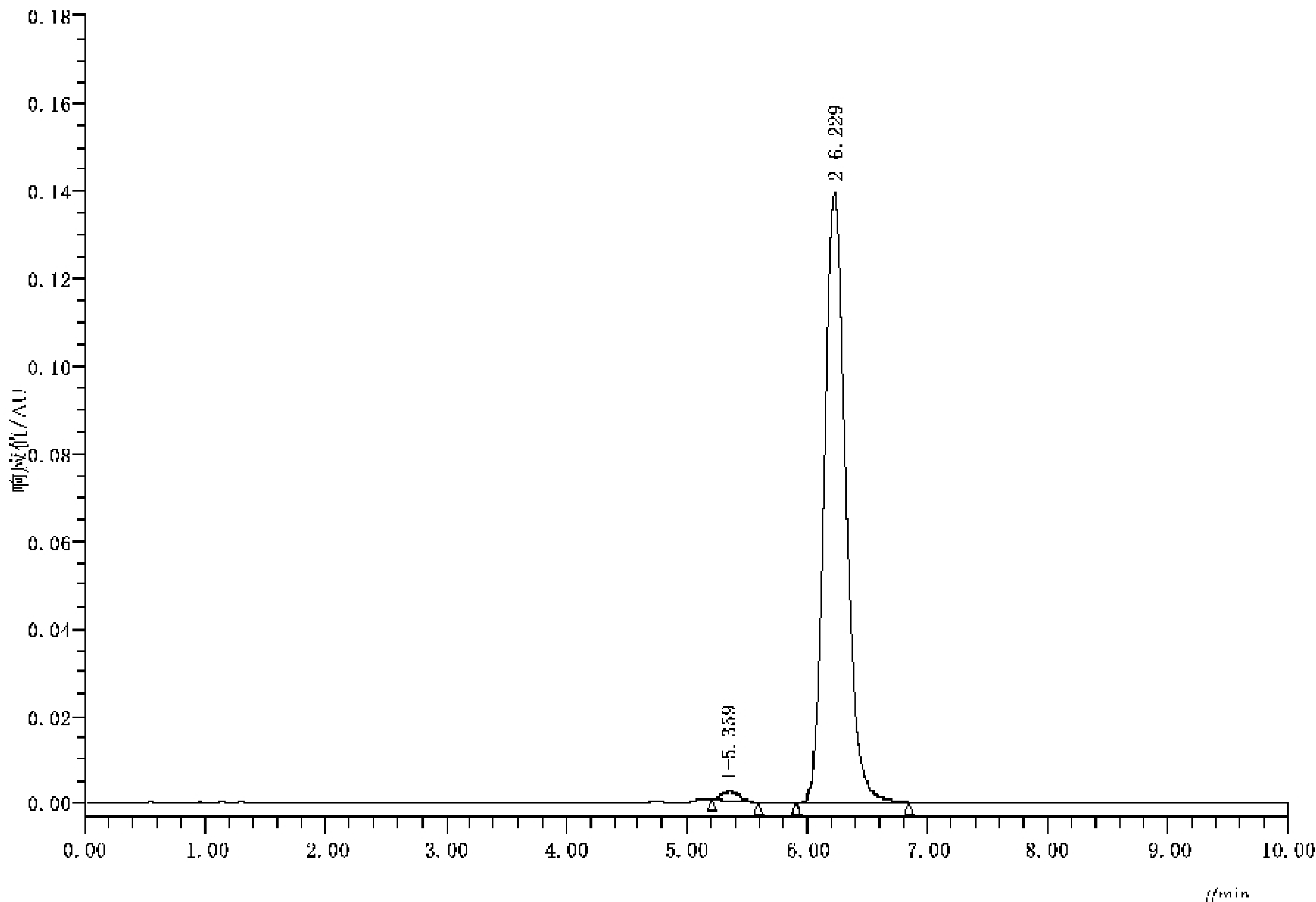


图 A.1 DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的毛细管气相色谱图

附 录 B
(资料性附录)

DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的高效液相色谱图

DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的高效液相色谱图见图 B.1。



说明：
1——DL- α -生育酚；
2——DL- α -生育酚乙酸酯。

图 B.1 DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的高效液相色谱图