



中华人民共和国国家标准

GB 9454—2017
代替 GB/T 9454—2008

饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯

Feed additive—DL- α -Tocopheryl acetate

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 9454—2008《饲料添加剂 维生素 E》。

本标准与 GB/T 9454—2008 相比,主要技术内容差异如下:

- 标准名称由《饲料添加剂 维生素 E》更改为《饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯》;
- DL- α -生育酚乙酸酯含量由 $\geq 92.0\%$ 修改为 $\geq 93.0\%$;
- 酸度由原 1 g 试样消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钠不得超过 2.0 mL 修改为 1 g 试样消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钠不得超过 1.0 mL;
- 增加了卫生指标砷要求及相应的测定方法;
- 增加了比旋度和色谱峰鉴别;
- 原标准第一法(仲裁法)仅保留毛细管柱气相色谱法,删除了填充柱气相色谱法,并将内标物更改为十六酸十六酯;
- 毛细管柱气相色谱法色谱条件中增加了分流比 20:1,流速改为 2 mL/min,柱温改为 270 $^{\circ}\text{C}$ ~ 280 $^{\circ}\text{C}$;
- 出厂检验由“本标准规定所有指标为出厂检验项目”更改为“第 3 章所列项目中,外观与性状、DL- α -生育酚乙酸酯含量、折光率、比旋度、吸收系数、酸度和生育酚为出厂检验项目”。

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:张志健、武玉波、朱聪英、任玉琴、周丰超、施杏芬、吴望君、蒋音、杨金枢、胡建权、姜红军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 9454—1998、GB/T 9454—2000、GB/T 9454—2008。

饲料添加剂
DL- α -生育酚乙酸酯

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

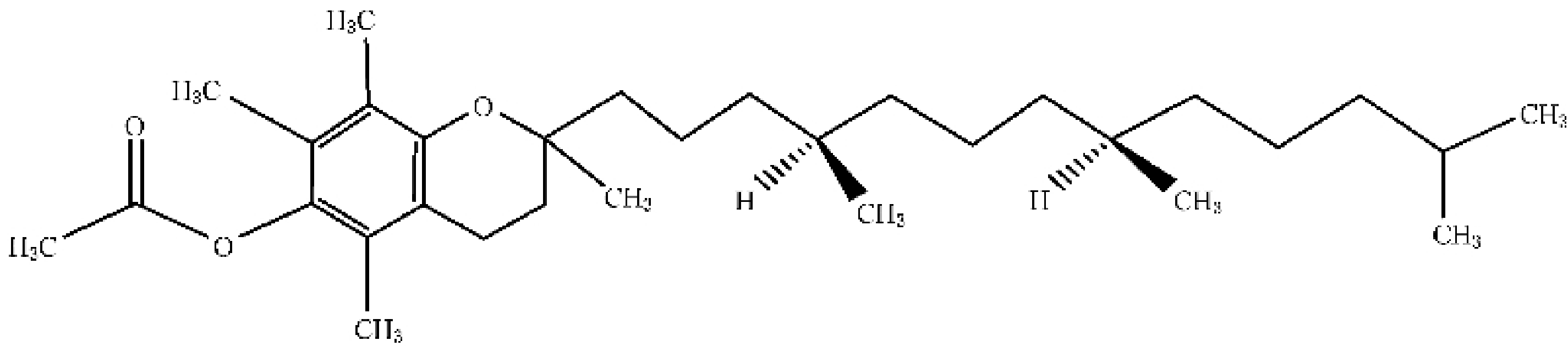
本标准适用于以异植物醇为主原料,经化学合成制得的饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯。

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

本品为微绿黄色或黄色的黏稠液体,几乎无臭,遇光色渐变深;本品在无水乙醇、丙酮、乙醚或石油醚中易溶,在水中不溶。

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/%	≥ 93.0
比旋度	$0^{\circ} \pm 0.05^{\circ}$
折光率(n_D^{20})	1.494~1.499
吸收系数(284 nm)($E_{1\text{ cm}}^{1\%}$)	41.0~45.0
酸度(消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定液的体积)/mL	≤ 1.0
生育酚(消耗 0.01 mol/L 硫酸铈滴定液的体积)/mL	≤ 1.0
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 乙醇。
- 4.2.1.3 硝酸。
- 4.2.1.4 乙醚。
- 4.2.1.5 溴化钾(光谱纯)。
- 4.2.1.6 2,2'-联吡啶的乙醇溶液:称取 2,2'-联吡啶 0.5 g,加乙醇(4.2.1.2)100 mL 使溶解。
- 4.2.1.7 三氯化铁的乙醇溶液:称取三氯化铁 0.1 g,加乙醇(4.2.1.2)50 mL 使溶解。
- 4.2.1.8 氢氧化钾的乙醇溶液:取氢氧化钾 3.5 g,置锥形瓶中,加乙醇适量使溶解并稀释成 100 mL,用橡皮塞密塞,静置 24 h 后,迅速倾取上清液,置于具橡皮塞的棕色玻瓶中。

4.2.2 仪器和设备

- 4.2.2.1 红外分光光度计。
- 4.2.2.2 旋光仪。
- 4.2.2.3 分析天平,感量 0.1 mg 和 0.01 mg。

4.2.3 鉴别方法

- 4.2.3.1 称取试样约 30 mg,加无水乙醇(4.2.1.1)10 mL 溶解后,加硝酸(4.2.1.3)2 mL,摇匀,在 75 $^{\circ}\text{C}$

水浴中加热约 15 min, 溶液显橙红色。

4.2.3.2 称取试样约 10 mg, 加氢氧化钾的乙醇溶液(4.2.1.8) 2 mL, 煮沸 5 min, 放冷, 加水 4 mL 与乙醚(4.2.1.4) 10 mL, 振摇, 静置使分层; 取乙醚层 2 mL, 加 2,2'-联吡啶的乙醇溶液(4.2.1.6) 数滴与三氯化铁的乙醇溶液(4.2.1.7) 数滴, 应显血红色。

4.2.3.3 红外鉴别: 试样用溴化钾(4.2.1.5) 压片, 在红外分光光度计上测量。试样的红外吸收图谱应与标准品的图谱一致(标准品图谱可参见附录 A)。

4.2.3.4 比旋度

4.2.3.4.1 试样溶液制备

准确称取 2.50 g 试样, 用无水乙醇(4.2.1.1) 溶解并在 20 °C ± 0.5 °C 下恒温定容至 25 mL, 摇匀。

4.2.3.4.2 测定步骤

在室温 20 °C ± 0.5 °C 下, 将测定管用无水乙醇(4.2.1.1) 冲洗数次后再缓缓注入无水乙醇(4.2.1.1) 适量(注意不要产生气泡), 置于旋光仪内校正零点, 同法将试样溶液(4.2.3.4.1) 置于旋光仪内读取旋光度, 准确至 0.01°, 左旋以负号“—”表示, 右旋以正号“+”表示。重复读取 3 次, 取平均值, 计算试样中的比旋度。

DL- α -生育酚乙酸酯在 20 °C、钠光谱的 D 线(589.3 nm) 的比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ 按式(1) 计算:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100\alpha}{l \times c} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

α —— 试样溶液的旋光度;

l —— 测定管的长度, 单位为分米(dm);

c —— 每 100 mL 试样溶液中含有被测物质的质量, 单位为克(g)。

4.2.3.5 在含量测定项(4.3) 下记录的色谱图, 供试品溶液的 DL- α -生育酚乙酸酯色谱主峰保留时间应与对照品溶液的一致。

4.3 DL- α -生育酚乙酸酯含量

4.3.1 试剂和溶液

4.3.1.1 甲醇(色谱纯)。

4.3.1.2 正己烷(色谱纯)。

4.3.1.3 十六酸十六酯(色谱纯)。

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

4.3.1.5 内标溶液: 称取十六酸十六酯(4.3.1.3) 适量, 加正己烷(4.3.1.2) 溶解并稀释成每毫升中含有 3.0 mg 的溶液, 摇匀。

4.3.1.6 标准溶液 I (气相法): 称取 DL- α -生育酚乙酸酯标准品(4.3.1.4) 适量(精确至 0.01 mg), 置棕色具塞瓶中, 加入内标溶液(4.3.1.5) 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。

4.3.1.7 标准溶液 II (液相法): 称取 DL- α -生育酚乙酸酯标准品(4.3.1.4) 约 20 mg (精确至 0.01 mg), 置 50 mL 棕色容量瓶中, 加甲醇(4.3.1.1) 适量溶解, 并定容至刻度, 摇匀。

4.3.2 仪器和设备

4.3.2.1 分析天平: 感量 0.1 mg 和 0.01 mg。

4.3.2.2 气相色谱仪: 配氢火焰离子化检测器(FID)。

4.3.2.3 高效液相色谱仪: 配置紫外检测器(UV) 和柱温箱。

4.3.2.4 超声波清洗器。

4.3.3 第一法 气相色谱法(仲裁法)

4.3.3.1 试样溶液制备

称取试样适量(精确至 0.01 mg),置棕色具塞瓶中,精密加入内标溶液(4.3.1.5)使溶解并稀释成含 DL- α -生育酚乙酸酯约 2 mg/mL 的溶液。

4.3.3.2 参考色谱条件与系统适用性试验

4.3.3.2.1 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 $^{\circ}$ C~280 $^{\circ}$ C;
- 进样口温度:290 $^{\circ}$ C~300 $^{\circ}$ C;
- 检测器温度:290 $^{\circ}$ C~300 $^{\circ}$ 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。

4.3.3.2.2 系统适用性试验

取标准溶液 I(4.3.1.6),按色谱条件(4.3.3.2.1)注入气相色谱仪,记录色谱图。理论塔板数按 DL- α -生育酚乙酸酯计算应不低于 5 000,DL-生育酚乙酸酯峰与内标物峰的分离度应大于 3(DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的毛细管气相色谱图参见附录 B 中的图 B.1)。

4.3.3.3 测定步骤

取标准溶液 I(4.3.1.6)及试样溶液(4.3.3.1),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。

4.3.3.4 结果计算与表示

DL- α -生育酚乙酸酯含量 X_1 ,以质量分数(%)表示,按式(2)、式(3)计算:

$$f = \frac{A_1 \times m_1 \times P_{st}}{A_2 \times m_2} \dots\dots\dots(2)$$

$$X_1 = f \times \frac{A_3 \times m_3}{A_4 \times m_4} \dots\dots\dots(3)$$

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_1 ——DL- α -生育酚乙酸酯标准品的质量,单位为克(g);
- m_2 ——标准溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_3 ——试样溶液中内标物的质量,单位为克(g);
 m_4 ——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%。

4.3.4 第二法 高效液相色谱法

4.3.4.1 试样溶液制备

称取试样约 20 mg(精确至 0.01 mg),置 50 mL 棕色容量瓶中,加甲醇(4.3.1.1)约 40 mL,置超声波清洗器中超声溶解 10 min,冷却至室温,用甲醇(4.3.1.1)定容至刻度,充分摇匀后过 0.45 μm 滤膜,滤液作为试样溶液。

4.3.4.2 参考色谱条件与系统适用性

4.3.4.2.1 参考色谱条件

- 参考色谱条件如下:
- 色谱柱: C₁₈ 柱,柱长 150 mm,内径 4.6 mm,粒径 4 μm~5 μm 或性能相当者;
 - 流动相: 甲醇(4.3.1.1)+水=98+2;
 - 流速: 1.2 mL/min;
 - 柱温: 30 °C ± 2 °C;
 - 检测波长: 285 nm;
 - 进样量: 20 μL。

4.3.4.2.2 系统适用性试验

取标准溶液 II (4.3.1.7),按色谱条件(4.3.4.2.1)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-生育酚乙酸酯峰和 DL-α-生育酚峰的分离度应大于 1.5(DL-α-生育酚乙酸酯标准溶液的高效液相色谱图参见附录 C 中的图 C.1)。

4.3.4.3 测定步骤

取标准溶液 II (4.3.1.7)及试样溶液(4.3.4.1)分别注入液相色谱仪,得到色谱峰面积(A_{st} 、 A_i),用外标法计算。

4.3.4.4 结果计算与表示

DL-α-生育酚乙酸酯含量 X_2 ,以质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{m_{st} \times A_i \times P_{st}}{A_{st} \times m_i} \dots\dots\dots(4)$$

- 式中:
- m_{st} ——DL-α-生育酚乙酸酯标准品质量,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 折光率

4.4.1 仪器和设备

阿贝折光仪或与其相当的仪器,读数精度至 0.000 1。

4.4.2 测定步骤

测定前,将试样置 20 °C ±0.5 °C 恒温室中至少 1 h,或 20 °C ±0.5 °C 恒温水浴至少 0.5 h,按仪器说明书的要求进行操作,重复读数 3 次,取 3 次读数的平均值,为试样的折光率。

4.5 吸收系数

4.5.1 试剂和溶液

无水乙醇。

4.5.2 仪器和设备

4.5.2.1 分析天平,感量 0.1 mg。

4.5.2.2 紫外分光光度计。

4.5.3 测定步骤

称取试样约 0.15 g(精确至 0.1 mg),置 100 mL 棕色容量瓶中,加无水乙醇(4.5.1)溶解并稀释至刻度,摇匀。吸取 10.00 mL,置 100 mL 棕色容量瓶中,加无水乙醇(4.5.1)稀释至刻度,摇匀。以无水乙醇(4.5.1)作空白对照,在 284 nm 的波长处测定吸光度。

4.5.4 结果计算与表示

试样的吸收系数以 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ 表示,按式(5)计算:

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} = \frac{A}{C \times L} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

A ——试样溶液的吸光度;

C ——每 100 mL 溶液中含有试样的质量,单位为克(g);

L ——光路的长度,单位为厘米(cm)。

4.6 酸度

4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 乙醇。

4.6.1.2 乙醚。

4.6.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 规定制备和标定。

4.6.1.4 酚酞指示液:取酚酞 1 g,加乙醇 100 mL 使溶解,即得。

4.6.2 测定步骤

量取乙醇(4.6.1.1)与乙醚(4.6.1.2)各 15 mL,置锥形瓶中,加酚酞指示液(4.6.1.4)0.5 mL,滴加氢

氧化钠标准滴定溶液(4.6.1.3)至微显粉红色,加试样 1.0 g,溶解后,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6.1.3)滴定至微显粉红色,记录加试样后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,应不得过 1.0 mL。

4.7 生育酚

4.7.1 试剂和溶液

4.7.1.1 无水乙醇。

4.7.1.2 二苯胺溶液:取二苯胺 1 g,加硫酸 100 mL 使溶解,即得。

注意:硫酸是强腐蚀液,操作者需戴防护眼镜、手套,以防灼伤。

4.7.1.3 硫酸铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] = 0.01 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 规定制备和标定。

4.7.2 测定步骤

称取试样 0.1 g(精确至 0.01 g),加无水乙醇(4.7.1.1)5 mL 溶解后,加二苯胺溶液(4.7.1.2)1 滴,用硫酸铈标准滴定溶液(4.7.1.3)滴定至显紫色,消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积应不得过 1.0 mL。

4.8 重金属

4.8.1 试剂与溶液

4.8.1.1 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。

4.8.1.2 硝酸。

4.8.1.3 盐酸。

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

4.8.1.5 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。

4.8.1.6 氨水溶液(10%):按 GB/T 603 制备。

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

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

4.8.1.9 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(4.8.1.5)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。

4.8.1.10 乙酸盐缓冲液(pH3.5):取乙酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解,加盐酸溶液 I(4.8.1.7)38 mL,用盐酸溶液 II(4.8.1.8)或氨水溶液(4.8.1.6)准确调节 pH 至 3.5(电位计指示),用水稀释至 100 mL,摇匀。

4.8.1.11 酚酞指示液:按 GB/T 603 制备。

4.8.1.12 铅标准工作液配制:吸取铅标准溶液(4.8.1.4)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)。

4.8.2 测定与结果判定

4.8.2.1 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(4.8.1.1)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(4.8.1.2)0.5 mL,蒸干至氧化氮蒸气除尽后,放冷。加盐酸(4.8.1.3)2.0 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加氨水溶液

(4.8.1.6)至对酚酞指示液(4.8.1.11)显微红色,再加乙酸盐缓冲液(4.8.1.10)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。

4.8.2.2 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(4.8.1.10)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(4.8.1.12)2.00 mL,再用水稀释成 25 mL,作为甲管。

4.8.2.3 结果判定

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.8.1.9)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。

4.9 总砷

4.9.1 试剂与溶液

4.9.1.1 盐酸。

4.9.1.2 氧化镁。

4.9.1.3 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。

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

4.9.1.5 硝酸镁溶液:150 g/L。

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

4.9.1.7 碘化钾溶液:165 g/L。本液应临用新配。

4.9.1.8 酸性氯化亚锡溶液:取氯化亚锡 20 g,加盐酸(4.9.1.1)使溶解成 50 mL,滤过,摇匀。本液使用期限为 3 个月。

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

4.9.1.10 酚酞指示液:按 GB/T 603 制备。

4.9.1.11 砷标准工作液配制:吸取砷标准溶液(4.9.1.4)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)。

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

4.9.1.13 乙酸铅棉花:取脱脂棉,浸入乙酸铅溶液(4.9.1.9)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。

4.9.2 测定与结果判定

4.9.2.1 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(4.9.1.5)10 mL 和氧化镁(4.9.1.2)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 2 mL 水湿润灰分,加酚酞指示液(4.9.1.10)1 滴,如显红色,滴加盐酸溶液(4.9.1.6)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(4.9.1.1)5 mL、碘化钾溶液(4.9.1.7)5 mL 和酸性氯化亚锡溶液(4.9.1.8)5 滴,在室温放置 10 min 后,加无砷锌粒(4.9.1.3)2 g,立即将顶端平面放有溴化汞试纸(4.9.1.12)和装有乙酸铅棉花(4.9.1.13)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。

4.9.2.2 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,移入锥形瓶中,加盐酸(4.9.1.1)5 mL 与水 21 mL,再加入砷标准工作液(4.9.1.11)3.00 mL,照“试样砷斑的制备”(4.9.2.1)项下自“碘化钾溶液”起同法操作。

4.9.2.3 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,则判定为符合规定。

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、DL- α -生育酚乙酸酯含量、折光率、比旋度、吸收系数、酸度和生育酚为出厂检验项目。

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

标签按 GB 10648 执行。

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 ℃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，原包装产品保质期为 24 个月。

附 录 A
(资料性附录)
DL- α -生育酚乙酸酯标准品的红外光谱图

DL- α -生育酚乙酸酯标准品的红外光谱图见图 A.1。

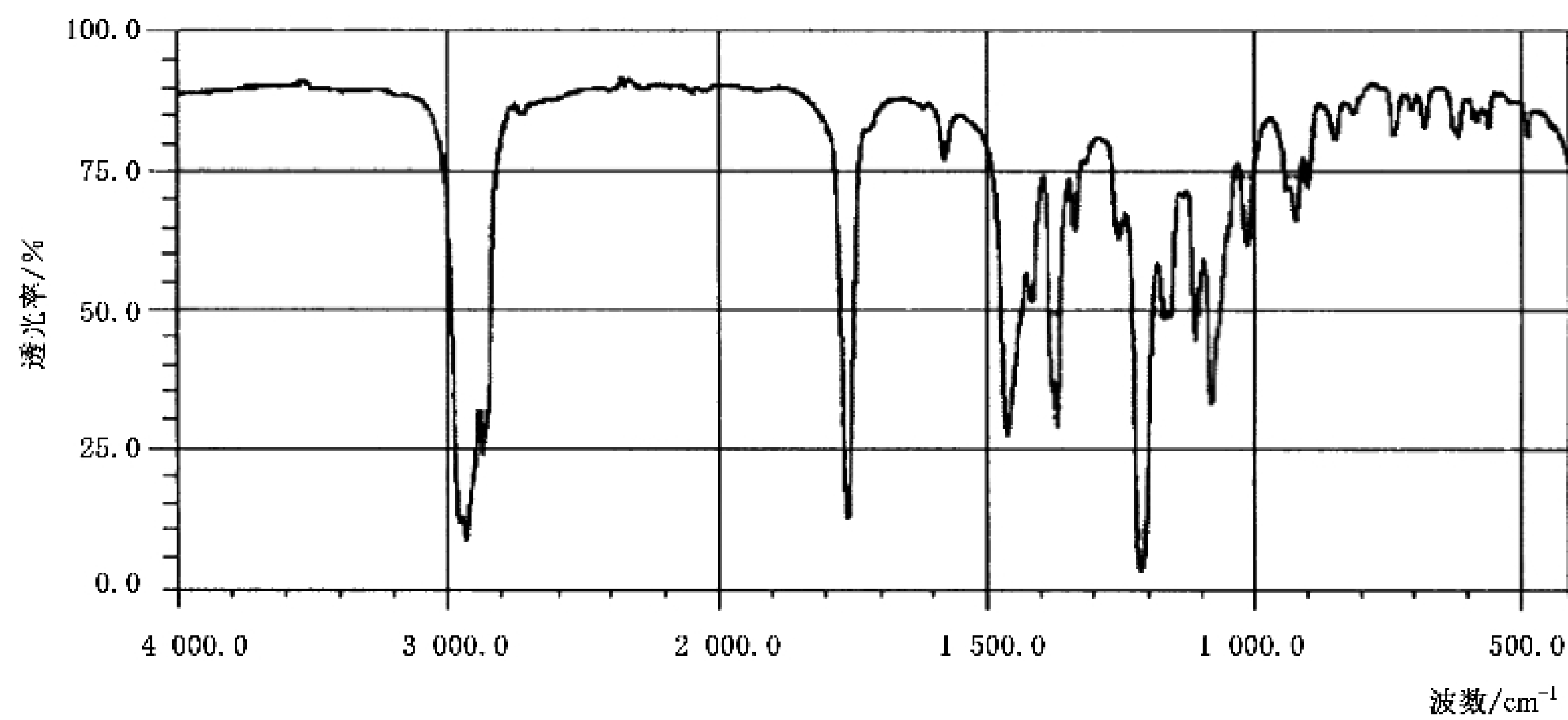


图 A.1 DL- α -生育酚乙酸酯标准品的红外光谱图

附 录 B
(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 B.1。

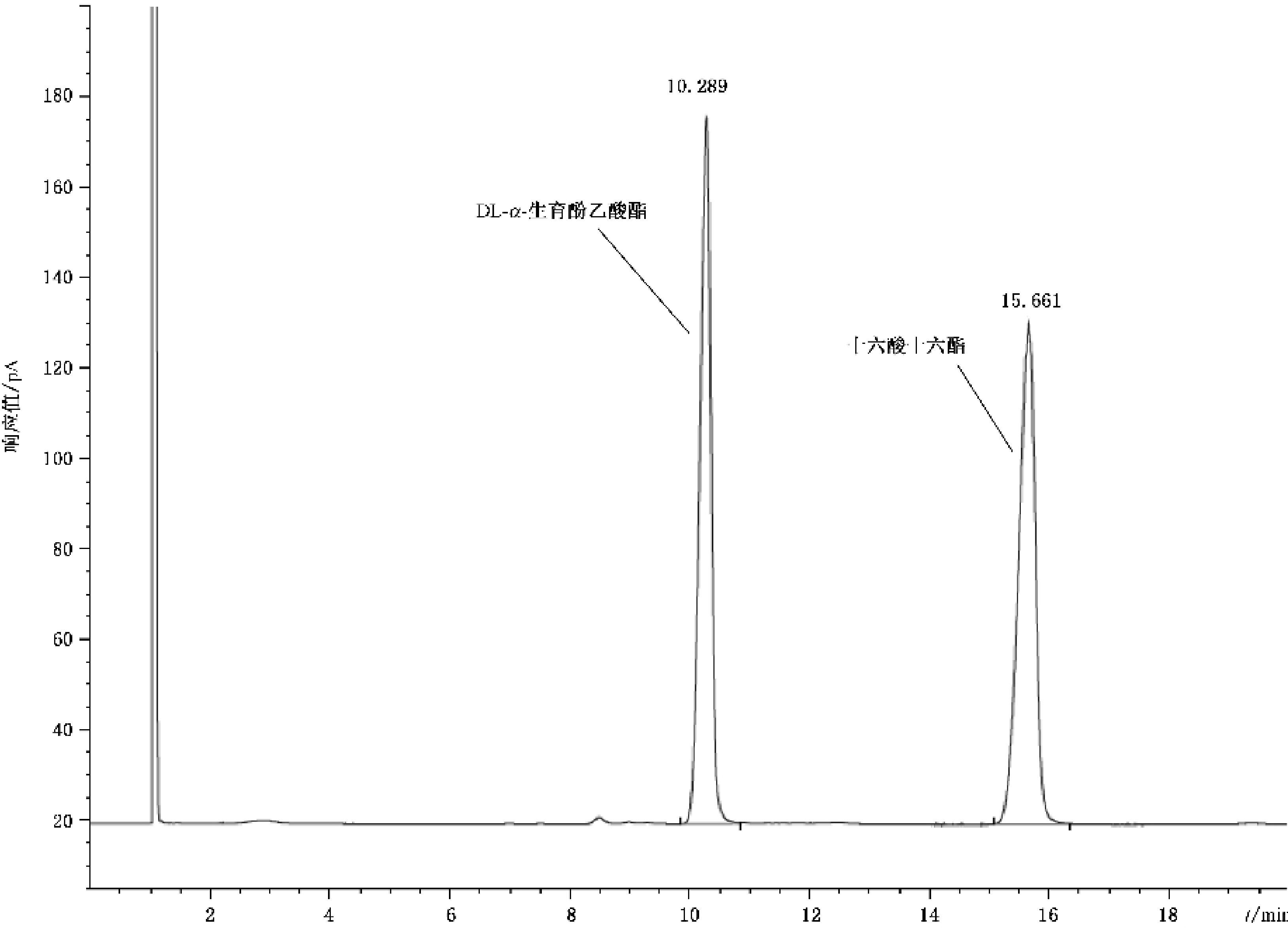
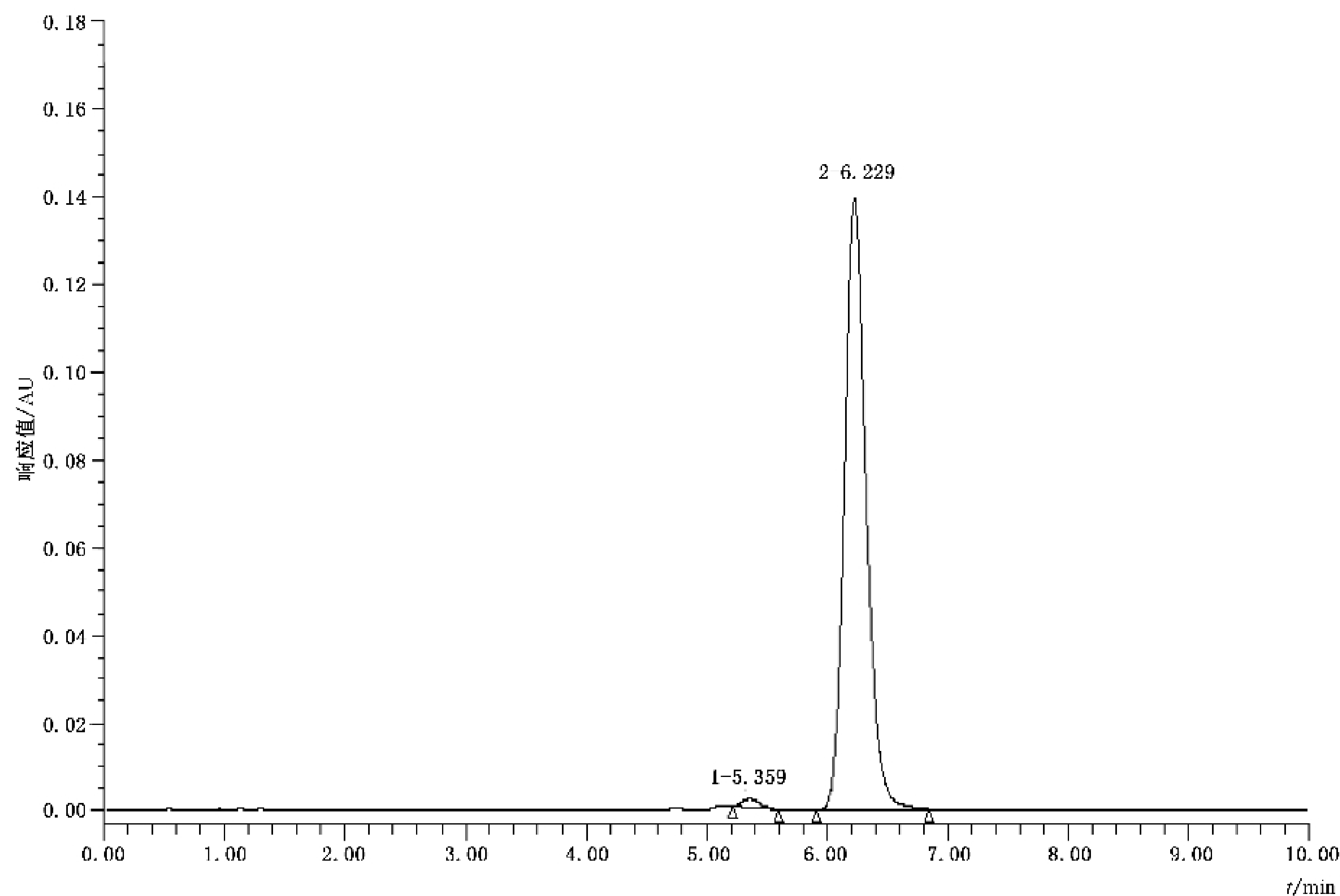


图 B.1 DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的毛细管气相色谱图

附录 C
(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 C.1。



说明：
1——DL- α -生育酚；
2——DL- α -生育酚乙酸酯。

图 C.1 DL- α -生育酚乙酸酯标准溶液的高效液相色谱图