



中华人民共和国国家标准

GB/T 21517—2008

饲料添加剂 叶黄素

Feed additive—Lutein

2008-03-03 发布

2008-05-01 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

本标准的附录 B 为规范性附录,附录 A 为资料性附录。

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:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、国家饲料质量监督检验中心(北京)、成都枫澜科技有限公司、武汉新华扬生物有限责任公司。



本标准主要起草人:赵小阳、田河山、孙鸣、李巍、詹志春、陶正国、马东霞、王彤、杨文军。

本标准首次发布。

饲料添加剂 叶黄素

1 范围

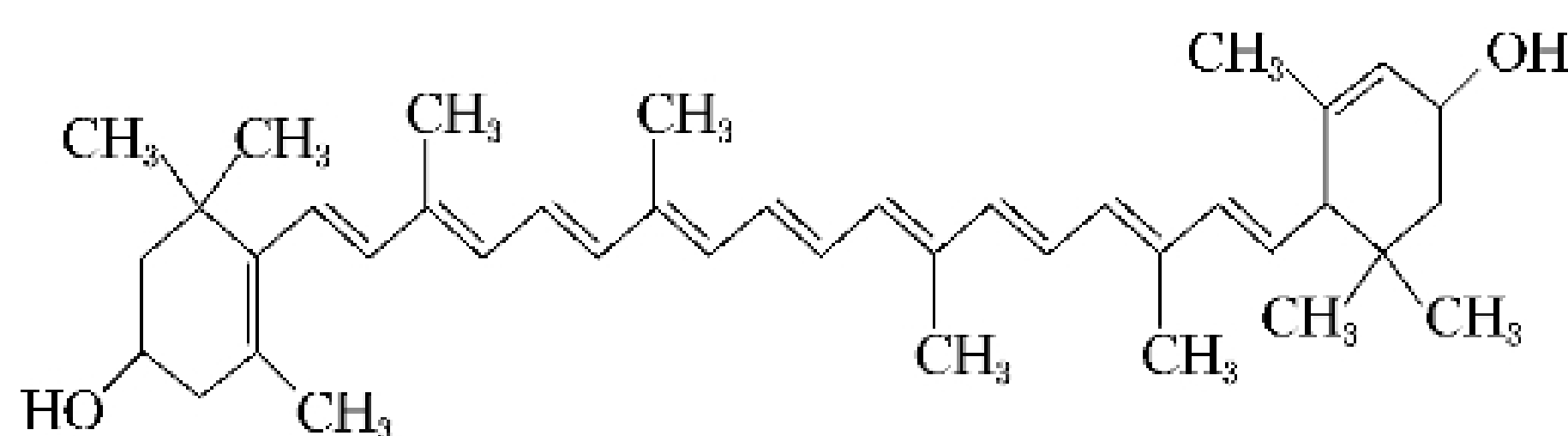
本标准规定了饲料添加剂叶黄素产品的分类、要求、试验方法、检验规则及标签、包装、贮存、运输。

本标准适用于以植物万寿菊中脂溶性提取物为原料,经皂化后,制成水剂或采用淀粉、玉米芯粉、白炭黑等辅料,有效成分主要是叶黄素和它的同分异构体玉米黄质,也有少量的其他类胡萝卜素和蜡质,在饲料工业中作为着色剂类饲料添加剂。

分子式: $C_{40}H_{56}O_2$

相对分子质量:568.88(2001 年国际相对原子质量)

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

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

3 分类

3.1 产品按标示量的不同可分为:1.5%、1.6%、2.0%三种。

3.2 根据合同要求确定。

4 要求

4.1 性状

本品为自由流动的橘黄色细微粉末或橘黄色液体,易氧化,不溶于水,溶于乙醇。

4.2 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	
	粉状	液体
含量(以 C ₄₀ H ₅₆ O ₂ 计)(占标示量的百分比)/%	≥90	≥90
砷/(mg/kg)	≤3.0	≤3.0
铅/(mg/kg)	≤10.0	≤10.0
水分/%	≤8.0	—
粒度(0.84 mm 孔径标准筛)	100%通过	—
pH 值	—	5.0~8.0

5 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定,标准溶液的制备应符合 GB/T 603。

5.1 试剂和溶液

- 5.1.1 正己烷:色谱纯。
- 5.1.2 乙酸乙酯:色谱纯。
- 5.1.3 正己烷。
- 5.1.4 无水乙醇。
- 5.1.5 丙酮。
- 5.1.6 甲苯。
- 5.1.7 亚硝酸钠。
- 5.1.8 硫酸。
- 5.1.9 亚硝酸钠溶液(50 g/L)。
- 5.1.10 硫酸溶液(0.5 mol/L):吸取硫酸(5.1.8)1.5 mL 缓缓注入 100 mL 水中,冷却,摇匀。
- 5.1.11 提取剂:正己烷+乙醇+丙酮+甲苯=10+6+7+7(体积比)。

5.2 仪器和设备

- 实验室常用设备及以下设备。
- 5.2.1 超声波水浴。
 - 5.2.2 超纯水装置。
 - 5.2.3 紫外分光光度计。
 - 5.2.4 石英比色皿(1 cm)。
 - 5.2.5 高效液相色谱仪:带紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器)。
 - 5.2.6 原子吸收分光光度计。

5.3 鉴别试验

5.3.1 方法一

样品的丙酮溶液在连续加入亚硝酸钠溶液(5.1.9)和硫酸溶液(5.1.10)后颜色消失。

5.3.2 方法二

取试样溶液(5.4.2.1),用分光光度计测定,以 1 cm 石英比色皿在 420 nm~480 nm 波长范围内测定试样溶液的吸收光谱,应在 445 nm±1 nm、473 nm±1 nm 的波长处有最大吸收峰。

5.3.3 方法三(仲裁法)

5.3.3.1 原理

叶黄素含量以总类胡萝卜素含量表示,试样中总类胡萝卜素经混合溶剂提取后,注入正相色谱柱

上,用流动相洗脱,分离出叶黄素和玉米黄质,其色谱峰的分离度为 3.06~3.09,叶黄素含量应在 70% 以上,玉米黄质含量在 10% 以上,并通过峰面积比例测知其相对含量。

5.3.3.2 试液的制备

根据产品含量(参见附录 A),称取试样约 0.15 g~0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 棕色容量瓶中,加提取剂(5.1.11)约 80 mL,在超声波水浴中加热超声提取 20 min,冷却至室温,用提取剂(5.1.11)定容至刻度,混匀,过滤,用移液管准确移取 1 mL 滤液到 10 mL 容量瓶中,用氮气吹干,用流动相稀释至刻度,混匀,溶液过 0.45 μm 滤膜,供高效液相色谱仪分析。

5.3.3.3 色谱条件

固定相:硅胶柱,内径 4.6 mm,长 250 mm,粒度 3 μm 。

流动相:正己烷+乙酸乙酯=70+30(体积比),超声脱气。

流速:1.5 mL/min。

检测器:紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器),检测波长 445 nm 或 473 nm。

进样量:20 μL 。

5.3.3.4 试样测定

将试样分析液(5.3.3.2),按上述色谱条件进行进样分析,得到叶黄素和玉米黄质,色谱峰见图 B.1。

5.3.3.5 结果计算

$$\text{叶黄素}(\%) = \text{总类胡萝卜素量} \times \text{叶黄素的峰面积}(\%) \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{玉米黄质}(\%) = \text{总类胡萝卜素量} \times \text{玉米黄质的峰面积}(\%) \quad \dots\dots\dots(2)$$

5.4 叶黄素(以总类胡萝卜素计)含量的测定

5.4.1 原理

总类胡萝卜素在波长 445 nm $\pm$ 1 nm 处有最大吸收,可根据该波长处测定吸收度和标准百分吸光系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)计算其含量。

5.4.2 分析步骤

5.4.2.1 试液的制备

根据产品含量(参见附录 A),称取试样约 0.15 g~0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 棕色容量瓶中,加约 80 mL 无水乙醇(5.1.4),在超声波水浴中加热超声提取 20 min,冷却至室温,用无水乙醇(5.1.4)定容至刻度,混匀,过滤,用移液管准确移取 1 mL 滤液到 10 mL 容量瓶中,用无水乙醇(5.1.4)稀释至刻度,混匀。

5.4.2.2 试样测定

将试样分析液(5.4.2.1)置于 1 cm 石英池中,用紫外分光光度计,在波长 445 nm $\pm$ 1 nm 处测定吸收度 A,以无水乙醇(5.1.4)为空白对照。

5.4.2.3 计算和结果的表示

试样中叶黄素($\text{C}_{40}\text{H}_{56}\text{O}_2$)(以总类胡萝卜素计)含量 X 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times 2\,550} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A——试料(5.4.2.1)吸收度;

1 000——试料(5.4.2.1)稀释倍数;

m——试料质量,单位为克(g);

2 550——总类胡萝卜素百分吸光系数($E_{1\text{cm}}^{1\%}=2\,550$)。

平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

5.4.3 允许差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果绝对值之差应不大于 0.3%。

5.5 砷的测定

按 GB/T 13079 测定。

5.6 铅的测定

按 GB/T 13080 测定。

5.7 水分的测定

按 GB/T 606 测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

饲料添加剂叶黄素应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验,本标准规定的所有指标为出厂检验项目,生产企业应保证所有叶黄素产品均符合本标准规定的要求。每批产品检验合格后方可出厂。

6.2 验收检验

使用单位有权按照本标准对所收到的叶黄素产品进行验收,检验其指标是否符合本标准的要求。

6.3 采样方法

抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶,瓶上贴有标签并注明生产厂家、产品名称、批号、取样日期。

抽样时,用清洁适用的取样工具插入料层深度四分之三处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分,每批样品分两份,每份样量应为 20 g~30 g,装入样品瓶中,一瓶供检验用,一瓶密封保存备查。

6.4 判定规则

若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应加倍抽样进行复验,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。

7 标签、包装、运输、贮存

7.1 标签

标签按 GB 10648 的规定执行。

7.2 包装

本品采用铝薄膜袋或其他避光密闭容器包装。

7.3 运输

本品在运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

7.4 贮存

本品应贮存在通风、干燥、无污染、无有害物质的地方。

本品在规定的贮存条件下,保质期为 24 个月。



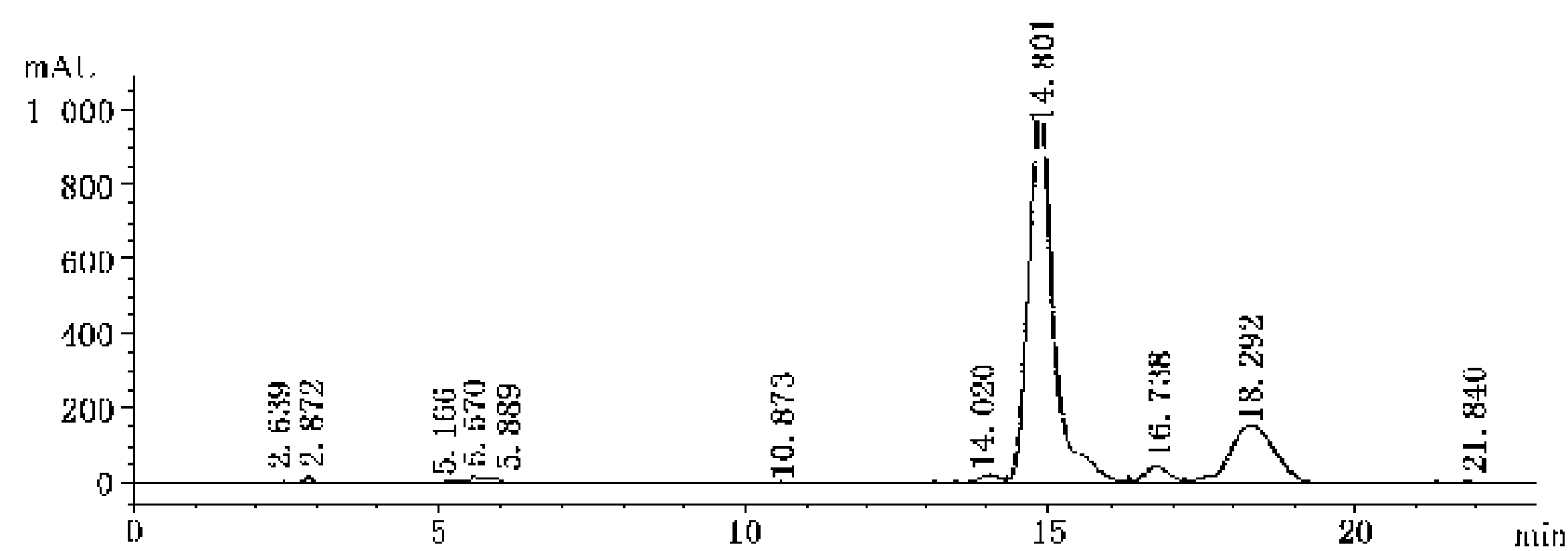
附 录 A
(资料性附录)

产品中叶黄素的标示量、称样量及提取液稀释体积示例

表 A.1 标示量、称样量及提取液稀释体积

标示量/%	称样量/g	提取液稀释倍数
1.5	0.200 0	1 000
1.6	0.200 0	1 000
2.0	0.150 0	1 000

附 录 B
(规范性附录)
叶黄素色谱图



注： 叶黄素保留时间为 14.801 min,玉米黄质保留时间为 18.292 min。

图 B.1 叶黄素色谱图

