

前 言

本标准是 GB/T 7292—1987《饲料添加剂 维生素 A 乙酸酯微粒》的修订本。

本标准与 GB/T 7292—1987 的主要差异如下：

- 第 1 章删去了“……以 β -紫罗兰酮为起始原料……”；
- 产品性状外观改为“淡黄色至棕褐色”；
- 原标准中所使用的筛网用号数表示，现改为用孔径表示；
- 主要成分含量的测定，采用了国外企业标准的“高效液相色谱法”；
- 产品包装材料改用铝箔聚乙烯袋或其他适当材质。

本标准自实施之日起同时代替 GB/T 7292—1987。

本标准由国家药品监督管理局提出。

本标准由中国医药工业公司技术归口。

本标准由罗氏泰山(上海)维生素制品有限公司负责起草。

本标准主要起草人：王云全、郝玫。

中华人民共和国国家标准

饲料添加剂 维生素 A 乙酸酯微粒

GB/T 7292—1999

代替 GB/T 7292 1987

Feed additive—
Vitamin A acetate beadlets

1 范围

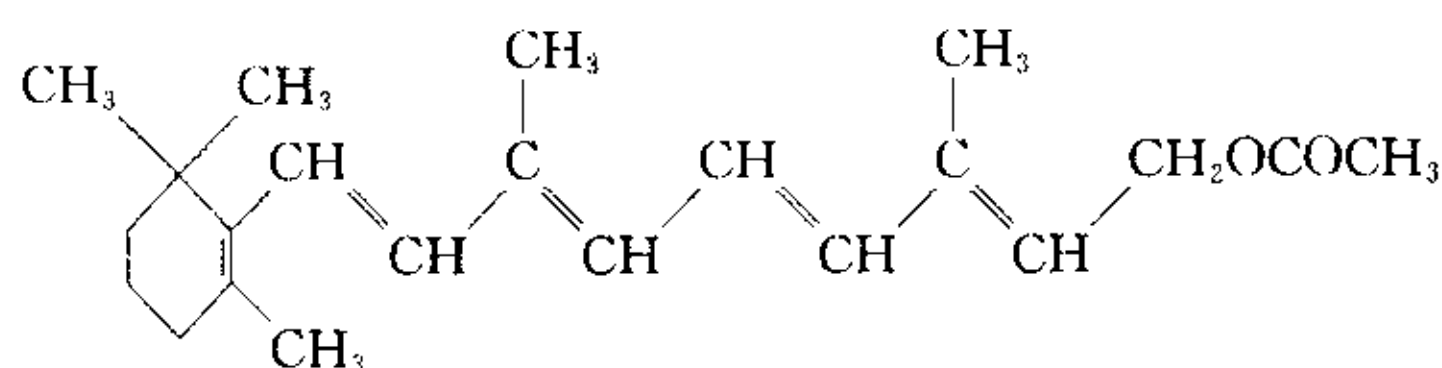
本标准规定了饲料添加剂维生素 A 乙酸酯微粒的范围、要求、试验方法、验收规则、标签以及包装运输和储存。

本标准适用于由合成维生素 A 乙酸酯,加入适量抗氧剂,采用明胶为主要辅料制成的微粒。

分子式: $C_{22}H_{32}O_2$

相对分子质量:328.49(按 1995 年国际相对原子质量)

结构式:



2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648—1993 饲料标签

3 要求

3.1 性状:本品为淡黄色至棕褐色颗粒状粉末,易吸潮,遇热、酸、日光或吸潮后易分解,并使含量下降。

3.2 饲料添加剂维生素 A 乙酸酯微粒应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标
粒 度	本品应 100%通过 0.84 mm 孔径的筛网(20 目)
标示量	含维生素 A 乙酸酯 500 000 IU/g
含量(以 $C_{22}H_{32}O_2$ 计,占标示量的百分比),%	90.0~120.0
干燥失重, %	≤ 5.0

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 外观和粒度

称取样品 50 g,用肉眼观察颜色,再用孔径为 0.84 mm 的分样筛测定。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 无水乙醇

4.2.1.2 三氯化铈-三氯甲烷溶液:取三氯化铈 1 g,加三氯甲烷使之成 4 mL。

4.2.2 方法

称取试样 0.1 g,用无水乙醇(4.2.1.1)湿润后,研磨数分钟,加三氯甲烷 10 mL,振摇过滤,取滤液 2 mL,加三氯化铈-三氯甲烷溶液(4.2.1.2)0.5 mL,即呈蓝色,并迅即褪去蓝色。

4.3 维生素 A 乙酸酯含量测定

维生素 A 的含量以每克样品中所含维生素 A 的国际单位表示。

测定过程均应在半暗室中尽快进行。

4.3.1 试剂和溶液

4.3.1.1 无水乙醇。

4.3.1.2 全反式维生素 A 乙酸酯对照品。

4.3.1.3 碱性蛋白酶(酶活力每克大于 40 000 单位)。

4.3.1.4 0.1%氨水溶液。

4.3.1.5 乙腈:色谱纯。

4.3.1.6 异丙醇:色谱纯。

4.3.1.7 重蒸馏水(经处理液相色谱专用)。

4.3.2 仪器设备

4.3.2.1 超声波恒温水浴。

4.3.2.2 高速离心机。

4.3.2.3 高压液相色谱仪。

4.3.3 测定方法

4.3.3.1 对照品溶液的制备

精确称取约 85~90 mg(准确至 0.000 1 g)全反式维生素 A 乙酸酯对照品(4.3.1.2),置于 50 mL 棕色容量瓶中,加入 30~40 mL 无水乙醇(4.3.1.1),置于超声水浴中处理 2 min 使之完全溶解,用无水乙醇稀释到刻度,摇匀。精密吸取此溶液 10.00 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀待测。

4.3.3.2 试样溶液的制备

精确称取试样约 0.2 g(准确至 0.000 1 g),置于 200 mL 棕色容量瓶中,加入 200 mg 的碱性蛋白酶(4.3.1.3),0.1%氨水溶液(4.3.1.4)10 mL;将容量瓶置于 45℃超声波水浴中处理 10 min,加入 100 mL 无水乙醇后猛烈振摇,然后用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。将混合液离心后,取上清液经 0.2 μm 微孔滤膜过滤后用于高效液相色谱的测定。

4.3.3.3 高效液相色谱条件

色谱柱:不锈钢色谱柱,长 250 mm,内径 4.6 mm。

固定相:ODS-2,5 μm。

流动相:乙腈:异丙醇:水=1 500:250:250。

流速:1.0 mL/min。

进样量:10 μL 。

检测波长:326 nm。

4.3.3.4 测定

精密量取对照品溶液与试样溶液各 10 μL ,依次注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积进行计算。

4.3.4 计算和结果的表示

对照品溶液浓度 C_{st} 按式(1)计算:

$$C_{st} = \frac{m_{st} \times P_{st}}{500} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: C_{st} ——对照品溶液浓度, IU/mL;

m_{st} ——对照品质量, g;

P_{st} ——对照品含量, IU/g;

500——对照品溶液稀释的体积, mL。

试样中维生素 A 含量按式(2)计算:

$$P = \frac{F_s \times C_{st} \times 200}{F_{st} \times m_s} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: P ——试样中维生素 A 含量, IU/g;

F_s ——试样溶液中维生素 A 峰面积;

F_{st} ——对照品溶液中维生素 A 峰面积;

C_{st} ——对照品溶液浓度, IU/mL;

m_s ——试样质量, g;

200——试样溶液稀释的体积数, mL。

按式(3)计算试样所含维生素 A 相当于标示量的质量百分数(X_1)。

$$X_1(\%) = \frac{P}{\text{标示量}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

注

- 1 在试样中可能会存在少量维生素 A 乙酸酯的顺式异构体,同样具有维生素 A 的效价,因此在计算时应将维生素 A 乙酸酯的顺-反异构体峰面积合并计算。
- 2 对照品和试样的稀释液最后进样时的浓度应控制在仪器的线性范围内。
- 3 试样在柱上的分离度必须大于 1.5。

4.4 干燥失重的测定

4.4.1 称取试样 1 g(准确至 0.000 1 g),置于已在 105℃烘箱中干燥至恒重的称量瓶内,打开称量瓶盖,置于 105℃烘箱中,干燥至恒重。

4.4.2 计算和结果的表示

干燥失重 X_2 (以质量百分数表示)按式(4)计算:

$$X_2(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——干燥前的试样加称量瓶质量, g;

m_2 ——干燥后的试样加称量瓶质量, g;

m ——试样质量, g。

5 验收规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 本产品应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要

求,每批出厂的产品都应附有质量证明书。

5.3 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行质量检验,检验其指标是否符合本标准的要求。

5.4 采样方法

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

抽样时,应用清洁适用的抽样器。每批产品抽样2份,每份抽样量应为检验所需样品的3倍量,装入样品瓶中,一件送化验室检验,另一件应密封保存,以备仲裁分析用。

5.5 如果在检验中有一项指标不符合本标准时,应重新抽样,抽样量是第一次的两倍量进行检验。产品重新检验结果即使只有一项指标不符合标准时,则整批不能验收。

5.6 如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商选定仲裁单位,按本标准的验收规定和检验方法进行仲裁检验。

6 标签

本产品采用符合GB 10648规定的标签。

7 包装、运输和储存

7.1 本产品装入铝箔聚乙烯袋等适当材质的包装袋中,正确称量,封口,盛于外包装容器内,封存。

7.2 运输过程应有遮盖物,避免日晒雨淋、受热及撞击。搬运装卸小心轻放,不得与有毒有害或其他有污染的物品混装、混运。

7.3 本品应于阴凉干燥处储存。

7.4 保质期:原包装在规定的储存条件下保质期为一年(开封后应尽快使用,以免变质)。
