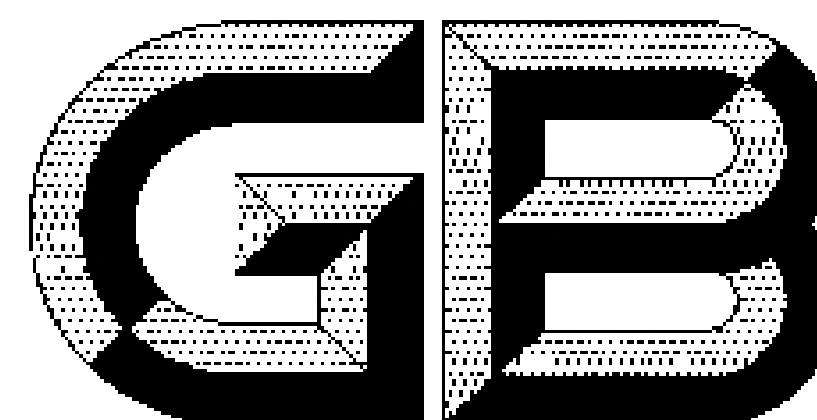




中华人民共和国国家标准

GB 7300.1002—2022

饲料添加剂 第 10 部分：调味和诱食物质 大蒜素

Feed additives—Part 10: Flavouring and appetising substances—Allicin

2022-07-13 发布

2023-08-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 GB 7300《饲料添加剂》的第 1002 部分。GB 7300 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸(GB 7300.101)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸(GB 7300.102)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物(GB 7300.103)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 维生素 D₃ 油(GB 7300.202)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱(GB 7300.203)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘化钾(GB 7300.301)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 亚硒酸钠(GB 7300.302)；
- 第 4 部分：酶制剂 木聚糖酶(GB 7300.401)；
- 第 4 部分：酶制剂 植酸酶(GB 7300.402)；
- 第 5 部分：微生物 酿酒酵母(GB 7300.501)；
- 第 6 部分：非蛋白氮 尿素(GB 7300.601)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠(GB 7300.801)；
- 第 9 部分：着色剂 β -胡萝卜素粉(GB 7300.901)；
- 第 9 部分：着色剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑螫黄)(GB 7300.902)；
- 第 10 部分：调味和诱食物质 谷氨酸钠(GB 7300.1001)；
- 第 10 部分：调味和诱食物质 大蒜素(GB 7300.1002)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

引 言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质,包括营养性饲料添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用,按照产品类别,GB 7300《饲料添加剂》分为以下 13 个大类:

- 氨基酸、氨基酸盐及其类似物;
- 维生素及类维生素;
- 矿物元素及其络(螯)合物;
- 酶制剂;
- 微生物;
- 非蛋白氮;
- 抗氧化剂;
- 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂;
- 着色剂;
- 调味和诱食物质;
- 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂;
- 多糖和寡糖;
- 其他。

本文件的产品大蒜素属于第 10 大类调味和诱食物质,因大蒜素是此大类第二个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.1002 编号,作为 GB 7300 的第 1002 部分。

饲料添加剂 第 10 部分：调味和诱食物质
大蒜素

1 范围

本文件规定了饲料添加剂大蒜素的技术要求、采样、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了试验方法。

本文件适用于用单质硫（硫磺）、硫化钠和氯丙烯为主要原料合成的以二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚为主要成分的饲料添加剂大蒜素。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10647 饲料工业术语
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 术语和定义

GB/T 10647 界定的术语和定义适用于本文件。

4 技术要求

4.1 外观与性状

本品为淡黄色澄清油状液体，具有大蒜特有的气味。

4.2 理化指标

应符合表 1 要求。

表 1 理化指标

项 目		指 标
大蒜素含量(以二烯丙基二硫醚和二烯丙基三硫醚总和计)/%	≥	80.0
氯丙烯/%	≤	0.1
相对密度 ^a		1.030~1.055
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	0.2
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	10.0
^a 相对密度数值为温度 20 ℃下测量所获得的数值。		

5 采样

按照 GB/T 14699.1 的规定执行。

6 试验方法

6.1 外观与性状

取适量试样于无色透明的玻璃试管中,在自然光下目视观察其色泽与形态,嗅其气味。

6.2 大蒜素(以二烯丙基二硫醚和二烯丙基三硫醚总和计)含量和氯丙烯含量测定

6.2.1 原理

试样中的大蒜素(二烯丙基二硫醚和二烯丙基三硫醚)和氯丙烯经丙酮提取后,加入苯乙酮作为内标,气相色谱仪测定,内标法定量。

6.2.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

6.2.2.1 丙酮。

6.2.2.2 苯乙酮内标溶液:称取苯乙酮(CAS:98-86-2,纯度不低于 98.0%)0.1 g(精确至 0.000 1 g)至 10 mL 棕色容量瓶中,用丙酮(6.2.2.1)溶解,定容摇匀。该溶液质量浓度为 10 mg/mL。2 ℃~8 ℃密闭保存,有效期 3 个月。

6.2.2.3 二烯丙基二硫醚标准储备溶液:称取二烯丙基二硫醚标准品(CAS:2179-87-5,纯度不低于 98.0%) 0.15 g(精确至 0.000 1 g)至 10 mL 棕色容量瓶中,用丙酮(6.2.2.1)溶解,定容摇匀。该溶液质量浓度为 15 mg/mL。2 ℃~8 ℃密闭保存,有效期 3 个月。

6.2.2.4 二烯丙基三硫醚标准储备溶液:称取二烯丙基三硫醚标准品(CAS:2050-87-5,纯度不低于 98.0%) 0.1 g(精确至 0.000 1 g)至 10 mL 棕色容量瓶中,用丙酮(6.2.2.1)溶解,定容摇匀。该溶液质量浓度为 10 mg/mL。2 ℃~8 ℃密闭保存,有效期 3 个月。

6.2.2.5 氯丙烯标准储备溶液:称取氯丙烯标准品(CAS:107-05-1,纯度不低于 99.0%)0.1 g(精确至 0.000 1 g)至 10 mL 棕色容量瓶中,用丙酮(6.2.2.1)溶解,定容摇匀。该溶液质量浓度为 10 mg/mL。2 ℃~8 ℃密闭保存,有效期 3 个月。

6.2.2.6 二烯丙基二硫醚标准工作溶液:准确移取 1 mL 二烯丙基二硫醚标准储备液(6.2.2.3)于 10 mL 棕色容量瓶中,再准确加入 0.2 mL 苯乙酮内标溶液(6.2.2.2),用丙酮(6.2.2.1)定容,摇匀。该溶液二烯丙基二硫醚质量浓度为 1.5 mg/mL,苯乙酮内标质量浓度为 0.2 mg/mL。现用现配。

6.2.2.7 二烯丙基三硫醚标准工作溶液:准确移取 0.5 mL 二烯丙基三硫醚标准储备溶液(6.2.2.4)于 10 mL 棕色容量瓶中,再准确加入 0.2 mL 苯乙酮内标溶液(6.2.2.2),用丙酮(6.2.2.1)定容,摇匀。该溶液二烯丙基三硫醚质量浓度为 0.5 mg/mL,苯乙酮内标质量浓度为 0.2 mg/mL。现用现配。

6.2.2.8 氯丙烯标准工作溶液:准确移取 0.5 mL 氯丙烯标准储备溶液(6.2.2.5)于 10 mL 棕色容量瓶中,再准确加入 0.2 mL 苯乙酮内标溶液(6.2.2.2),用丙酮(6.2.2.1)定容,摇匀。该溶液氯丙烯质量浓度为 0.5 mg/mL,苯乙酮内标质量浓度为 0.2 mg/mL。现用现配。

6.2.2.9 微孔滤膜:0.45 μm ,有机系。

6.2.3 仪器设备

6.2.3.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器(FID)。

6.2.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

6.2.3.3 涡旋混合器。

6.2.4 试验步骤

6.2.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取 0.25 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 10 mL 棕色容量瓶中,加入约 5 mL 的丙酮(6.2.2.1),密闭好后涡旋提取 1 min,用丙酮(6.2.2.1)定容,摇匀。准确移取该溶液 1 mL 于 10 mL 棕色容量瓶中,再准确加入 0.2 mL 苯乙酮内标溶液(6.2.2.2),用丙酮(6.2.2.1)定容,混匀。用 0.45 μm 滤膜(6.2.2.9)过滤备用。

6.2.4.2 气相色谱参考条件

色谱柱:固定相为(5%苯基)甲基聚硅氧烷的毛细管柱,长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25 μm 。或性能类似的分析柱。

检测器温度:220 $^{\circ}\text{C}$ 。

进样口温度:200 $^{\circ}\text{C}$ 。

柱温:起始温度 30 $^{\circ}\text{C}$,恒温 0.5 min。以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 80 $^{\circ}\text{C}$,恒温 2 min。以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 150 $^{\circ}\text{C}$,恒温 5 min。以 100 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 200 $^{\circ}\text{C}$,恒温 5 min。

进样量:1 μL 。

分流比:30 : 1。

载气:氮气,纯度为 99.999%。

载气流速:0.8 mL/min。

尾吹气流速:25 mL/min。

氢气流速:40 mL/min。

空气流速:450 mL/min。

6.2.4.3 测定

6.2.4.3.1 标准溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下,分别取二烯丙基二硫醚标准工作溶液(6.2.2.6)、二烯丙基三硫醚标准工作溶

液(6.2.2.7)、氯丙烯标准工作溶液(6.2.2.8)和试样溶液(6.2.4.1)上机测定。标准溶液的气相色谱图参见附录 A。

6.2.4.3.2 定性

以保留时间定性,试样溶液中二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚和氯丙烯保留时间应与标准溶液中的二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚和氯丙烯的保留时间一致,其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

6.2.4.3.3 定量

试样溶液中二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚和氯丙烯的浓度与标准溶液浓度相差应不超过 30% ,如超出范围,重新试验。

6.2.5 试验数据处理

试样中二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚或氯丙烯的含量以质量分数 w_{1i} 计,数值以 $\%$ 表示,按式(1)计算;大蒜素(以二烯丙基二硫醚和二烯丙基三硫醚总和计)含量以质量分数 w_1 计,数值以 $\%$ 表示,按式(2)计算:

$$w_{1i} = \frac{\rho \times \rho_i \times A \times A_{si} \times V}{\rho_{si} \times A_i \times A_s \times m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——二烯丙基二硫醚或二烯丙基三硫醚或氯丙烯标准工作溶液质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ_i ——待测试液中内标物的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A ——待测试液中二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚或氯丙烯的峰面积;

A_{si} ——二烯丙基二硫醚或二烯丙基三硫醚或氯丙烯标准工作溶液中内标物的峰面积;

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

ρ_{si} ——二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚或氯丙烯标准工作溶液中内标物的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_i ——待测试液中内标物的峰面积;

A_s ——二烯丙基二硫醚或二烯丙基三硫醚或氯丙烯标准工作溶液的峰面积;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

大蒜素(以二烯丙基二硫醚和二烯丙基三硫醚总和计)含量测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留3位有效数字。

$$w_1 = w_{11} + w_{12} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——大蒜素(以二烯丙基二硫醚和二烯丙基三硫醚总和计)含量, $\%$;

w_{11} ——试样中二烯丙基二硫醚的含量, $\%$;

w_{12} ——试样中二烯丙基三硫醚的含量, $\%$ 。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留3位有效数字。

6.2.6 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 5% 。

6.3 相对密度（比重计法）

6.3.1 仪器设备

6.3.1.1 相对密度计：上部细管中有刻度，表示密度读数，下部球形内部装有汞或铅块。

6.3.1.2 恒温箱：可调节并保持温度在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.2 试验步骤

将相对密度计洗净擦干，缓缓放入盛有大约 100 mL 试样的 100 mL 量筒中，勿使相对密度计碰及量筒四周及底部，将其放入 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内至少 2 h，使试样温度保持在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，待其静止后，再轻轻按下少许，然后待其自然上升，静止并无气泡冒出后，从水平位置观察与液面相交处的刻度，即为试样的相对密度。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 4 位有效数字。

6.3.3 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005。

6.4 总砷（以 As 计）

按 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.3 的规定执行。

6.5 重金属（以 Pb 计）

6.5.1 原理

重金属离子与负二价硫离子在弱酸介质中生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时，形成稳定的棕褐色悬浮液，可用于重金属的目视比色法测定。

6.5.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

6.5.2.1 硝酸。

6.5.2.2 盐酸。

6.5.2.3 氨试液：取氨水 400 mL，加水定容至 1 000 mL。

6.5.2.4 乙酸盐缓冲溶液（pH 3.5）：取乙酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解后，加 7 mol/L 盐酸溶液 38 mL，调节 pH 至 3.5，加水定容至 1 000 mL。

6.5.2.5 硫代乙酰胺试液：称取硫代乙酰胺 4 g，加水溶解并定容至 100 mL，于 $2\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存。临用前取上述溶液 1.0 mL，加入混合液（由 1 mol/L 氢氧化钠溶液 15 mL、水 5.0 mL 及丙三醇 20 mL 组成）5.0 mL，于水浴上加热 20 s，冷却，立即使用。

6.5.2.6 铅标准储备溶液：称取硝酸铅 0.160 g，置 1 000 mL 的容量瓶中，加硝酸（6.5.2.1）5 mL 与水 50 mL 溶解后，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液质量浓度为 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。 $2\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存，有效期 3 个月。或直接购买质量浓度为 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的铅标准溶液。

6.5.2.7 铅标准工作溶液：准确移取 10 mL 铅标准储备溶液（6.5.2.6）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液质量浓度为 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。现用现配。

6.5.2.8 酚酞指示液：10 g/L 的乙醇溶液。

6.5.3 试验步骤

6.5.3.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 于坩埚中,在电炉上小心碳化,再放入高温炉于 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 3 h。冷却后加硝酸(6.5.2.1)0.5 mL,缓慢蒸干,至氧化氮蒸气除尽后,放冷,加盐酸(6.5.2.2) 2 mL,置水浴上蒸干后加水 15 mL,滴加 2 滴酚酞指示液(6.5.2.8),再滴加氨试液(6.5.2.3)至对酚酞指示液显中性,加乙酸盐缓冲溶液(6.5.2.4)2 mL,微热溶解。

6.5.3.2 测定

将上述试样溶液过滤并转移至纳氏比色管中,加水稀释至 25 mL,再加入硫代乙酰胺试液(6.5.2.5) 2 mL,摇匀,于暗处放置 2 min,自上而下透视,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液:移取 1.00 mL 铅标准工作溶液(6.5.2.7),与试样同时同样处理。

7 检验规则

7.1 组批

以相同原料、相同的生产工艺、连续生产的产品为一批,每批产品不得超过 5 t。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、大蒜素含量、氯丙烯。

7.3 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目。产品正常生产时,每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、配方或主要原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产 6 个月或以上,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;
- e) 饲料行政管理部门提出进行型式检验要求时。

7.4 判定规则

7.4.1 所验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时,可自同批产品中重新加倍取样进行复检。复检结果即使有一项指标不符合本文件规定,即判定该批产品不合格。

7.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中全数值比较法执行。

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

8.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。用深色聚乙烯桶或其他能满足要求的包装。

8.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质共运。

8.4 贮存

避光保存，防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

8.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，产品保质期为 12 个月。

附 录 A

(资料性)

氯丙烯、二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚标准溶液和氯丙烯、二烯丙基二硫醚、
二烯丙基三硫醚混合标准溶液的气相色谱图

氯丙烯、二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚标准溶液和氯丙烯、二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚混
合标准溶液的气相色谱图分别见图 A.1、图 A.2、图 A.3 和图 A.4。

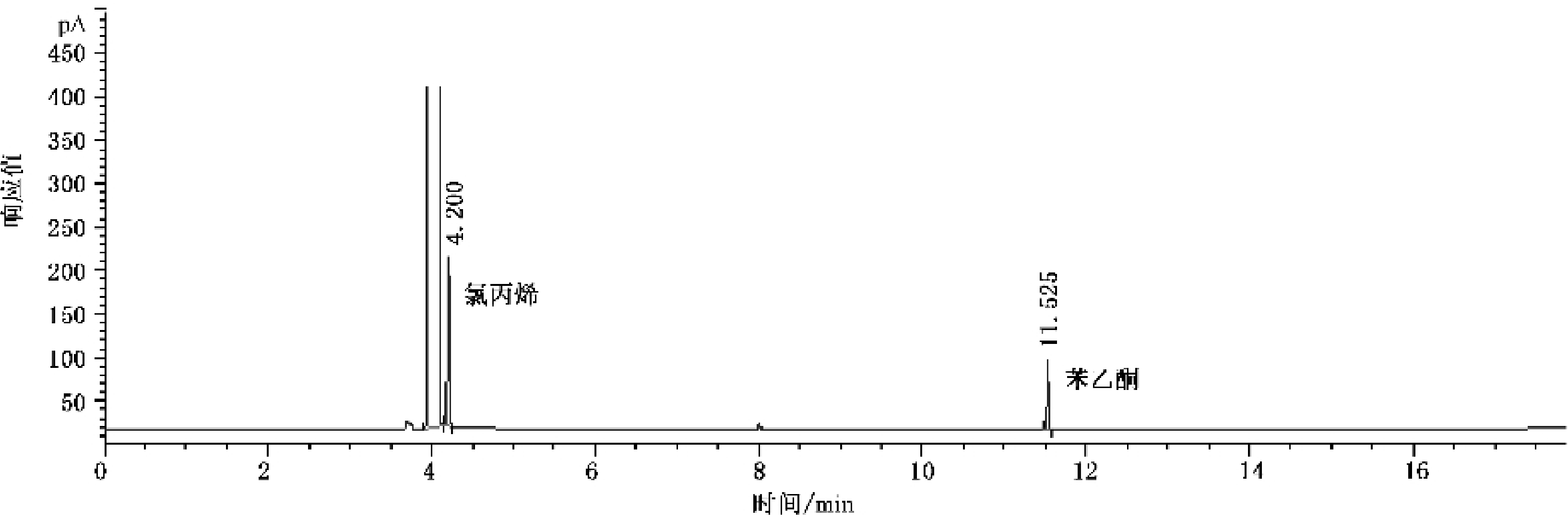


图 A.1 氯丙烯标准溶液(质量浓度为 1 mg/mL)气相色谱图

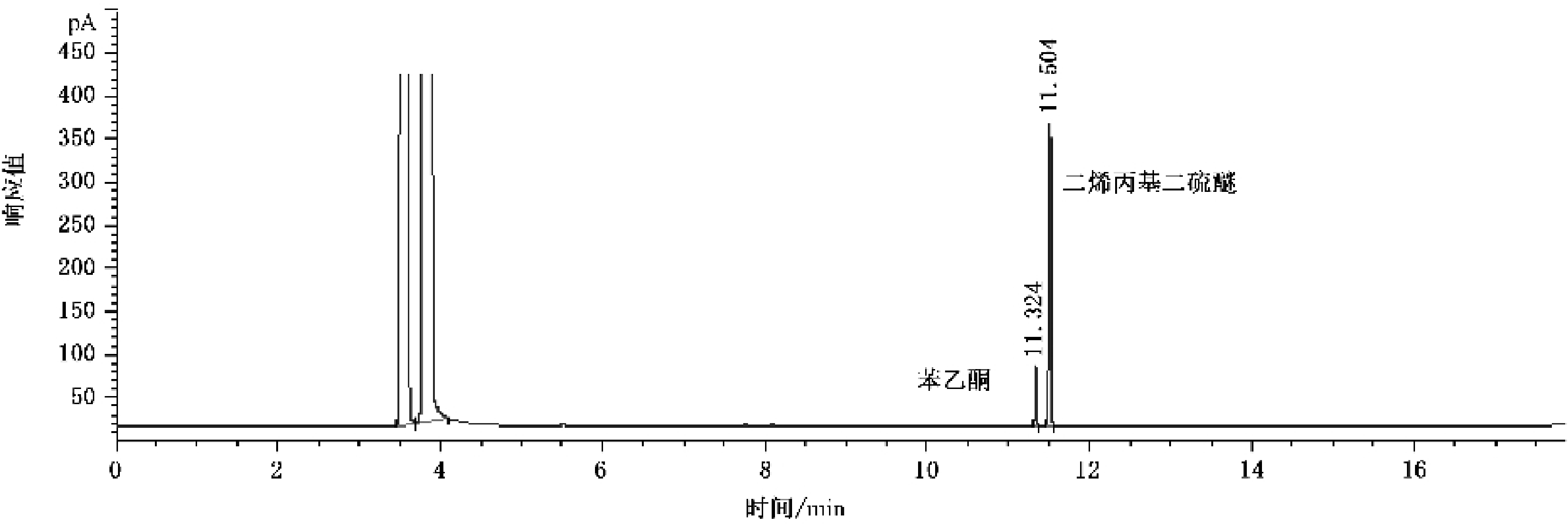


图 A.2 二烯丙基二硫醚标准溶液(质量浓度为 1.5 mg/mL)气相色谱图

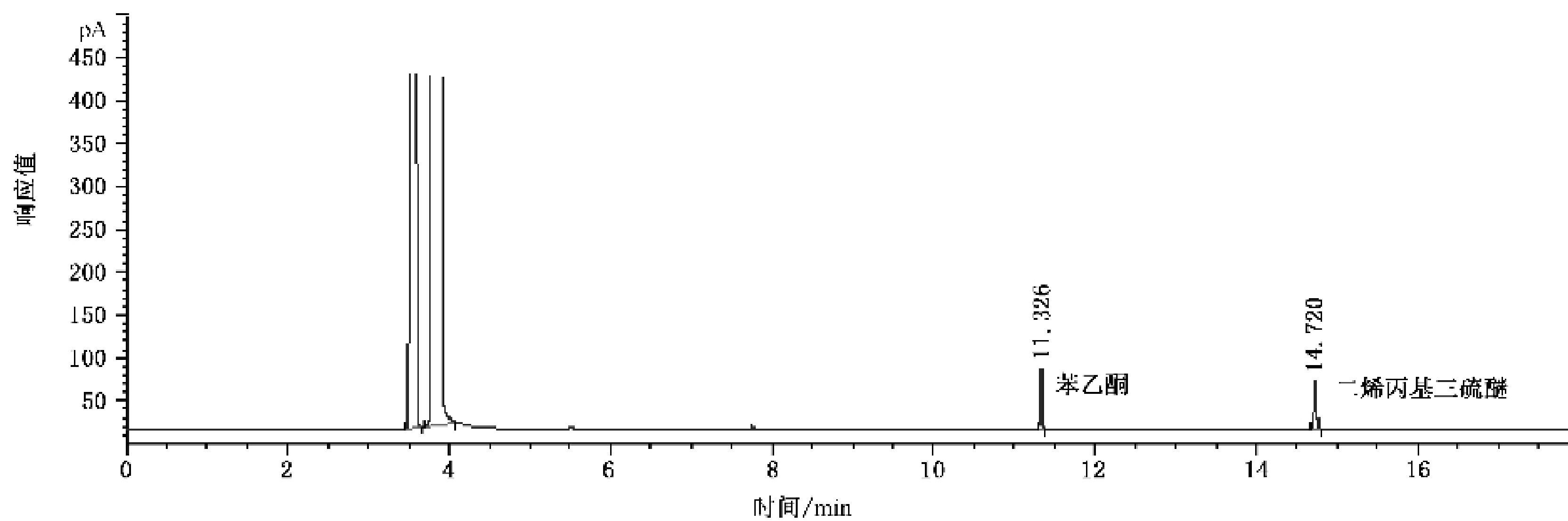


图 A.3 二烯丙基三硫醚标准溶液(质量浓度为 0.5 mg/mL)气相色谱图

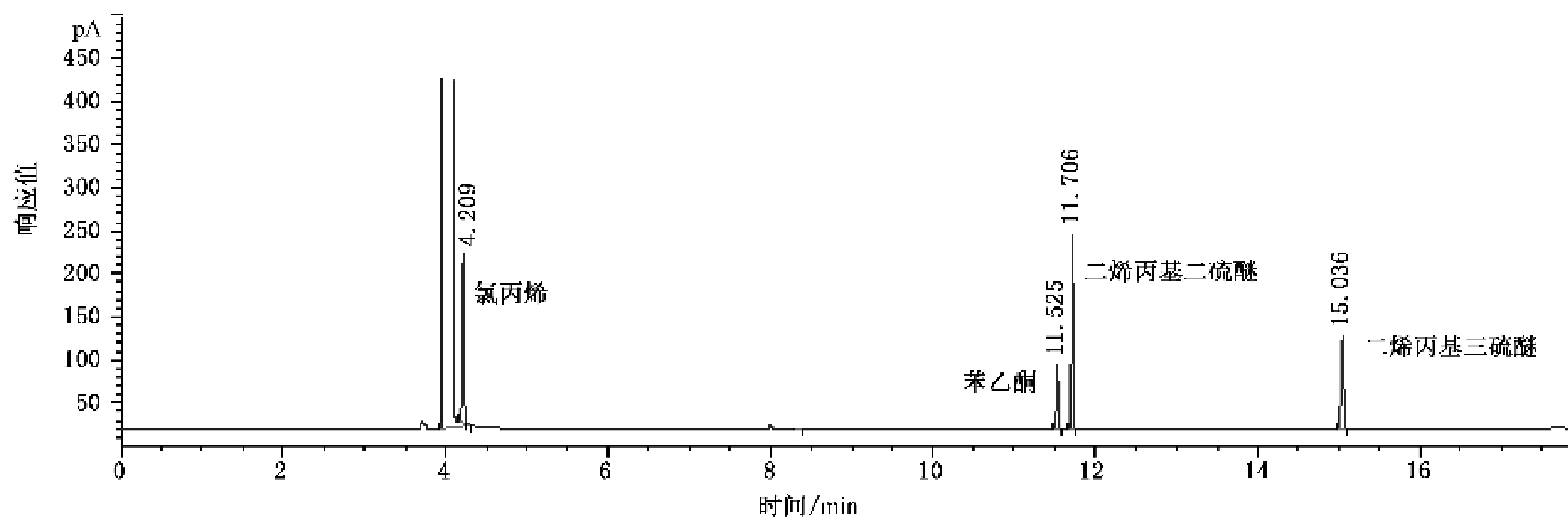


图 A.4 氯丙烯、二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚混合标准溶液(质量浓度为 1 mg/mL)气相色谱图