

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1003—2022

---

### 饲料添加剂 万寿菊提取物

（有效成分为槲皮万寿菊素）

Feed additive—Marigold extract (active substance  
Quercetagenin)

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

中华人民共和国农业农村部 发布

## 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。

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畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由晨光生物科技集团股份有限公司、河北晨光检测技术服务有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：吴迪、连运河、程远欣、高伟、焦利卫、吴娟娟、钱建瑞。

# 饲料添加剂 万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

## 1 范围

本文件给出了槲皮万寿菊素的化学名称、通用名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以万寿菊（*Tagetes erecta* L.）或万寿菊渣为原料，用丙酮等溶剂提取、浓缩、干燥等制成的饲料添加剂万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）。

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

GB/T 6435 饲料中水分的测定

GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定

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 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

GB/T 14699.1 饲料 采样

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 化学名称、通用名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：3, 3', 4', 5, 6, 7-六羟基黄酮

NYSL—1003—2022

通用名称：槲皮万寿菊素

分子式：C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>

相对分子质量：318.24（按 2018 年国际相对原子质量）

结构式：

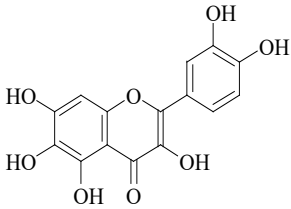


图 1 槲皮万寿菊素结构

5 技术要求

5.1 外观和性状

黄色粉末，无肉眼可见杂质，具有万寿菊特有气味。

5.2 鉴别指标

鉴别指标见表 1。

表 1 鉴别指标

| 项 目  |           | 指 标                    |       |
|------|-----------|------------------------|-------|
| 化学鉴别 | 三氯化铝反应    | 亮橘黄色                   |       |
| 紫外光谱 | 最大吸收波长    | 360 nm、260 nm          |       |
| 特征图谱 | 特征峰数      | 2                      |       |
|      | 特征峰相对保留时间 | 峰1（1.000）<br>峰2（1.325） | ±5%以内 |

5.3 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

| 项 目                                                            | 指 标   |
|----------------------------------------------------------------|-------|
| 槲皮万寿菊素（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/% | ≥80.0 |
| 水分/%                                                           | ≤5.0  |
| 粗灰分/%                                                          | ≤1.0  |
| 粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%                                         | ≥90   |
| 总砷（以 As 计）/（mg/kg）                                             | ≤3.0  |
| 铅（Pb）/（mg/kg）                                                  | ≤3.0  |

## 6 取样

按GB/T 14699.1的规定执行。

## 7 试验方法

除非另有规定，仅使用分析纯试剂，色谱所用水应符合 GB/T 6682 中一级水规定，其他试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水规定，试剂和溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

### 7.1 感官检验

取适量试样置于干净、干燥的白纸上，在自然光下观察其色泽和状态，并嗅其气味。

### 7.2 鉴别试验

按附录 A 规定执行，应满足表 1 规定。

### 7.3 槲皮万寿菊素含量

按附录 B 规定执行。

### 7.4 水分

按 GB/T 6435 规定执行。

### 7.5 粗灰分

按 GB/T 6438 规定执行。

### 7.6 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

### 7.7 总砷

按 GB/T 13079 规定执行。

### 7.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

## 8 检验规则

## 8.1 组批

以相同原料、相同工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批。

## 8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观和性状、水分、粗灰分、粒度、槲皮万寿菊素。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录 C）方可出厂。

## 8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 章规定的所有项目，在正常生产情况下，每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一时，亦进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- 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 3 个月以上，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检验要求时。

## 8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果有任何指标不符合本部分规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检，复检结果有一项指标不符合本文件规定，则判定该整批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

## 9 标签、包装、运输、贮存和保质期

### 9.1 标签

按 GB 10648 规定执行，标签样式见附录 D。

### 9.2 包装

本品采用铝箔袋等包装。

### 9.3 运输

运输中应保证包装的完整，防止日晒、雨雪侵袭，禁止与有毒有害物质共运。

### 9.4 贮存

应贮存在清洁、干燥、通风处，防潮、防晒、防虫。禁止与有毒有害物质混储。

#### 9.5 保质期

未开启原包装产品在规定的运输和贮存条件下，保质期为 24 个月。

## 附录 A

(规范性)

## 饲料添加剂万寿菊提取物鉴别试验

## A.1 化学鉴别

## A.1.1 试剂或材料

## A.1.1.1 乙醇。

A.1.1.2 三氯化铝乙醇溶液 (10 g/L): 称取 10 g 三氯化铝, 用乙醇溶解后, 转移定容至 1 L 容量瓶中。

## A.1.2 仪器设备

分析天平: 感量 10 mg。

## A.1.3 鉴别方法

称取约 0.1 g 试样, 精确至 10 mg, 溶于 100 mL 的乙醇中。取 1 mL 试样溶液, 滴加 2~3 滴三氯化铝乙醇溶液, 溶液显亮橘黄色。

## A.2 紫外光谱鉴别

## A.2.1 试剂或材料

甲醇: 色谱纯。

## A.2.2 仪器设备

A.2.2.1 紫外可见分光光度计: 波长精度  $\pm 2$  nm。

A.2.2.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

## A.2.3 鉴别方法

称取试样约 15 mg, 精确至 0.1 mg, 溶于 100 mL 甲醇中, 在 200 nm~600 nm 波长范围内进行紫外扫描, 紫外对照图谱如图 A.1 所示。试样溶液的紫外吸收光谱图应与万寿菊提取物 (有效成分为槲皮万寿菊素) 紫外吸收光谱图一致, 在 360 nm 和 260 nm 波长处应有最大吸收。

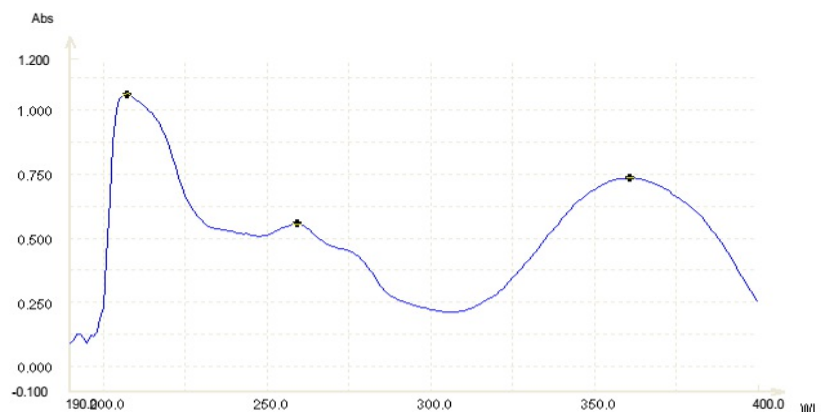


图 A.1 万寿菊提取物 (有效成分为槲皮万寿菊素) 紫外吸收光谱图

### A.3 特征图谱鉴别

#### A.3.1 试剂或材料

A.3.1.1 乙腈：色谱纯。

A.3.1.2 甲酸：色谱纯。

A.3.1.3 甲醇：色谱纯。

A.3.1.4 0.1%甲酸溶液：取 1 mL 甲酸，用水定容至 1 L 容量瓶中。

A.3.1.5 槲皮万寿菊素标准品：CAS：90-18-6，含量 $\geq$ 95.0%。

#### A.3.2 仪器设备

A.3.2.1 超高效液相色谱仪，配紫外检测器。

A.3.2.2 分析天平：感量 0.1 mg。

A.3.2.3 超声波清洗器。

#### A.3.3 试验步骤

A.3.3.1 标准溶液制备：称取槲皮万寿菊素标准品约 5 mg，精确至 0.1 mg，用甲醇溶解并定容至 10 mL，浓度为 500  $\mu$ g/mL。2  $^{\circ}$ C $\sim$ 4  $^{\circ}$ C 保存，有效期为 3 个月。

A.3.3.2 试样溶液制备：称取试样约 0.1 g，精确至 0.1 mg，用甲醇溶解并定容至 100 mL，即得试样溶液。

#### A.3.3.3 测定

##### A.3.3.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C<sub>18</sub> 柱，柱长 50 mm，内径 2.1 mm，粒径 1.7  $\mu$ m，或性能相当者。
- b) 流动相：A 相为 0.1% 的甲酸溶液，B 相为乙腈；梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 A.1。
- c) 流速：0.3 mL/min。
- d) 柱温：40  $^{\circ}$ C。
- e) 检测波长：260 nm。
- f) 进样量：0.6  $\mu$ L。

表 A.1 梯度洗脱程序

| 时间 (min) | A 相 (%) | B 相 (%) |
|----------|---------|---------|
| 0.0      | 90.0    | 10.0    |
| 1.0      | 90.0    | 10.0    |
| 12.0     | 65.0    | 35.0    |
| 12.5     | 90.0    | 10.0    |
| 15.0     | 90.0    | 10.0    |

##### A.3.3.3.2 标准溶液和试样溶液的测定

在仪器的最佳条件下，分别取试样溶液与标准溶液，过 0.22  $\mu$ m 微孔滤膜，上机测定。

#### A.3.4 试验结果

按照 A. 3. 3 步骤测得的万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）试样溶液图谱应如图 A. 2 所示。试样溶液图谱应呈现与特征图谱中相对应的 2 个特征峰。并且峰 1 应与槲皮万寿菊素标准溶液保留时间一致，将峰 1（槲皮万寿菊素）设定为 S 峰，计算峰 2 与 S 峰的相对保留时间，相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 以内。峰 2 规定值为 1.325。

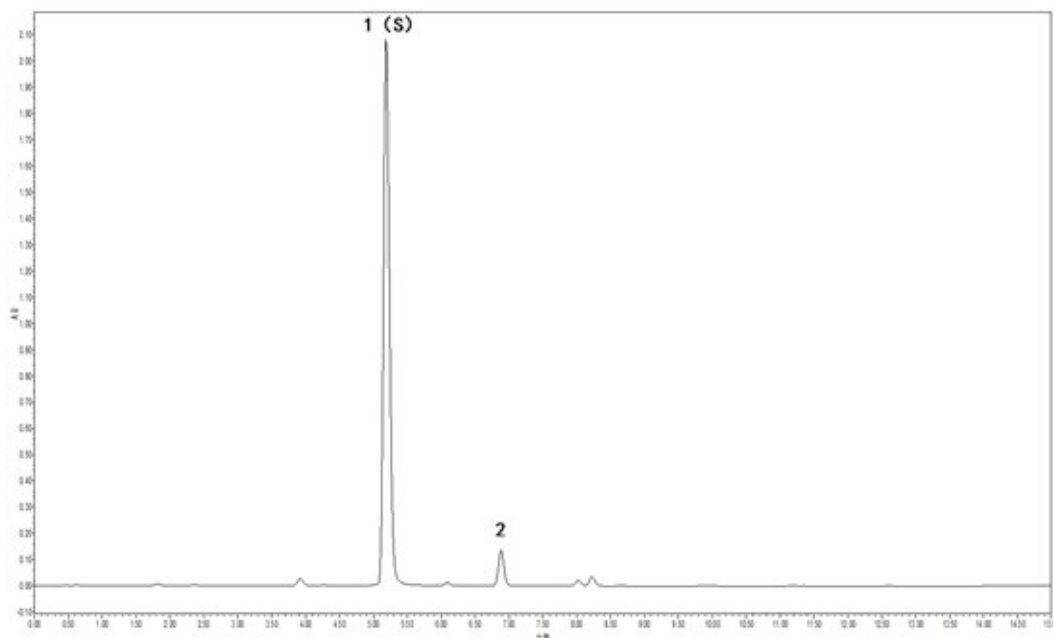


图 A. 2 万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）的特征图谱

峰 1 (S 峰): 槲皮万寿菊素

## 附录 B

(规范性)

## 饲料添加剂万寿菊提取物中槲皮万寿菊素含量测定

## B.1 原理

试样中的槲皮万寿菊素经甲醇溶解，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

## B.2 试剂或材料

B.2.1 乙腈：色谱纯。

B.2.2 甲醇：色谱纯。

B.2.3 0.2%磷酸溶液：取 2 mL 磷酸，用水定容至 1 000 mL 容量瓶中，摇匀。

B.2.4 甲醇溶液：甲醇+水=9+1。

B.2.5 槲皮万寿菊素标准品：CAS：90-18-6，含量 $\geq$ 95.0%。

B.2.6 微孔滤膜：0.22  $\mu$ m，有机系。

## B.3 仪器设备

B.3.1 液相色谱仪：配紫外检测器。

B.3.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.000 1 g。

B.3.3 超声波清洗器。

## B.4 试验步骤

## B.4.1 标准溶液的制备

B.4.1.1 标准储备溶液：称取槲皮万寿菊素标准品 12.5 mg（精确至 0.01 mg），置于 25 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容，浓度为 500  $\mu$ g/mL。2  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 冰箱保存，有效期 3 个月。

B.4.1.2 标准系列溶液：准确移取标准储备溶液适量，用甲醇稀释成浓度为 10  $\mu$ g/mL、20  $\mu$ g/mL、50  $\mu$ g/mL、100  $\mu$ g/mL、200  $\mu$ g/mL 和 500  $\mu$ g/mL 的标准系列溶液。临用现配。

## B.4.2 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 0.06 g~0.07 g（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，先加入适量甲醇溶液，超声溶解后定容，摇匀。过 0.22  $\mu$ m 微孔滤膜，备用。

## B.4.3 测定

## B.4.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：C<sub>18</sub>柱，柱长 50 mm，内径 4.6 mm，粒径 2.7  $\mu$ m，或性能相当者。

b) 流动相：A 相为 0.2 %的磷酸溶液，B 相为乙腈。梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 B.1。

c) 流速：1 mL/min。

- d) 柱温：40 ℃。
- e) 检测波长：260 nm。
- f) 进样量：2 μL。

表 B.1 梯度洗脱程序

| 时间/ min | A/ % | B/ % |
|---------|------|------|
| 0.0     | 88.0 | 12.0 |
| 5.0     | 88.0 | 12.0 |
| 5.5     | 10.0 | 90.0 |
| 7.5     | 10.0 | 90.0 |
| 8.0     | 88.0 | 12.0 |
| 9.0     | 88.0 | 12.0 |

B. 4. 3. 2 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，分别取标准系列溶液和试样溶液上机测定。槲皮万寿菊素标准溶液的色谱图参见图 B. 1。

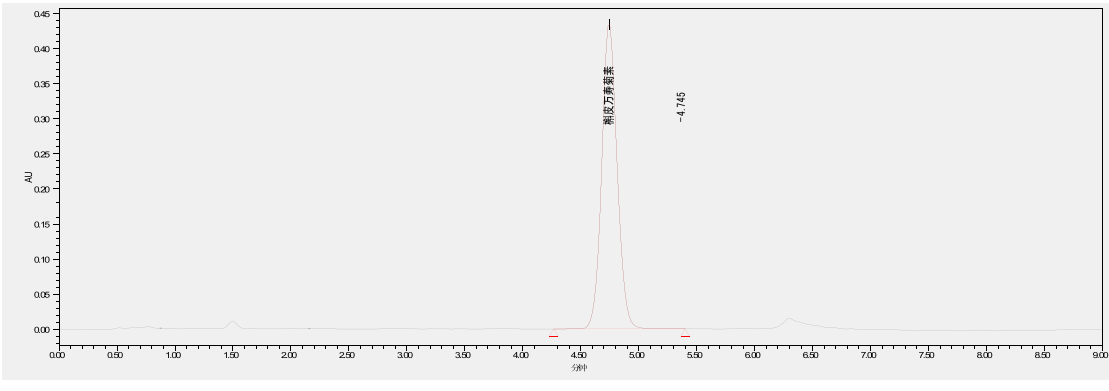


图 B. 1 槲皮万寿菊素标准溶液（500 μg/mL）高效液相色谱图

B. 4. 3. 3 定量

以标准系列溶液的浓度为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不应低于 0.99。试样溶液与标准溶液中槲皮万寿菊素的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

B. 4. 4 试验数据处理

试样中槲皮万寿菊素（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 干基计）的含量以质量分数 ω 计，数值以百分率（%）表示，按公式（B. 1）计算：

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m \times (1 - \omega_0) \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线计算得到的试样溶液中槲皮万寿菊素的浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ ——试样溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

$\omega_0$ ——试样水分含量，单位为百分比 (%)；

$m$ ——试样质量，单位为克 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后两位。

#### B. 4. 5 精密度

重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 3%。

附 录 C

(规范性)

产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂 万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

使用说明书

【产品名称】万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

【英文名称】Marigold extract (active substance Quercetagetin)

【有效成分】槲皮万寿菊素 ( $C_{15}H_{10}O_8$ )

【性 状】产品为黄色粉末，无肉眼可见杂质，具有万寿菊特有气味。

【产品成分分析保证值】

| 项 目                               | 指标          |
|-----------------------------------|-------------|
| 槲皮万寿菊素（以 $C_{15}H_{10}O_8$ 干基计）/% | $\geq 80.0$ |
| 水分/%                              | $\leq 5.0$  |
| 粗灰分/%                             | $\leq 1.0$  |
| 粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%            | $\geq 90$   |
| 总砷（以 As 计）/（mg/kg）                | $\leq 3.0$  |
| 铅（Pb）/（mg/kg）                     | $\leq 3.0$  |

【作用功效】提高机体抗氧化能力，改善生产性能。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 50~60 mg/kg（以  $C_{15}H_{10}O_8$  计），最高限量为 80 mg/kg（以  $C_{15}H_{10}O_8$  计）。

【净 含 量】

【保 质 期】24 个月。

【贮 运】不应与有毒有害及其他污染物混贮。仓库保持干燥、通风、非阳光直射，地面有防潮设施，并注意防虫蛀、鼠害、霉变和污染。运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质共运。

【生产企业】

地址

电话

网址

邮编

传真

邮箱

附 录 D

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂

万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

Marigold extract (active substance Quercetagetin)

【产品名称】万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

【产品成分分析保证值】

| 项 目                                                            | 指标    |
|----------------------------------------------------------------|-------|
| 槲皮万寿菊素（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/% | ≥80.0 |
| 水分/%                                                           | ≤5.0  |
| 粗灰分/%                                                          | ≤1.0  |
| 粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%                                         | ≥90   |
| 总砷（以 As 计）/（mg/kg）                                             | ≤3.0  |
| 铅（Pb）/（mg/kg）                                                  | ≤3.0  |

【原料组成】槲皮万寿菊素（C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>）。

【作用功效】提高机体抗氧化能力，改善生产性能。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 50~60 mg/kg（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 计），最高限量为 80 mg/kg（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 计）。

【净 含 量】

【保 质 期】24 个月。

【贮 运】不应与有毒有害及其他污染物混贮。仓库保持干燥、通风、非阳光直射，地面有防潮设施，并注意防虫蛀、鼠害、霉变和污染。运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质共运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】