## 前言

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:农业部饲料质量监督检验中心(济南)、罗氏泰山(上海)维生素制品有限公司。

本标准主要起草人:王云全、李祥明、虞哲高、区毅平、姚冰、刘华阳。

# 饲料添加剂 10%β,β-胡萝ト-4,4-二酮 (10%斑蝥黄)

#### 1 范围

本标准规定了以合成 β,β-胡萝卜-4,4-二酮(斑蝥黄)为主要原料而制成的饲料添加剂 10%β,β-胡萝卜-4,4-二酮技术要求、试验方法、验收规则、标签及包装运输和储存。

本标准适用于以喷雾法工艺制造的饲料添加剂 10%β,β-胡萝卜-4,4-二酮。

分子式:C40 H52 O2

相对分子量:564.84

结构式:

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准中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,数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 6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13080 饲料中铅的测定方法

### 3 技术要求

- 3.1 性状,紫红色到红紫色的流动性粉末。
- 3.2 饲料添加剂 10%β,β-胡萝卜-4,4-二酮(斑蝥黄)应符合表1的要求。

表 1

项 目		指标
粒 度		本品应 100%通过 0.84 mm 孔径的筛网(20 目)
于燥失重/(%)	€	8
含量(以 C40 H52 O2 计)/(%)	≥	10
铅/(mg/kg)	€	10

#### 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—1992 规定的三级水。

#### 4.1 約度

称取试样 50.0 g,使用振动筛,5 min 内应全部通过 0.84 mm 孔径(USP 20 目)的分析筛。

#### 4.2 干燥失重的测定

4.2.1 称取试样约1g(精确到0.0001g),置于已在105℃烘箱中干燥至恒重的称量瓶内,打开称量瓶瓶盖,置于105℃烘箱中,干燥至恒重。

#### 4.2.2 计算和结果的表示

干燥失重  $X_1$ (以质量百分数表示)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$
 .....(1)

式中:

m, ——干燥前的试样加称量瓶质量,单位为克(g);

 $m_2$ ——干燥后的试样加称量瓶质量,单位为克(g);

m----试样质量,单位为克(g)。

## 4.3 鉴别

测量在 4.4、3 中的环己烷溶液的吸收值,其吸收极大值应处于波长 468 nm 和 472 nm 之间。

#### 4.4 含量测定

原理:β,β-胡萝卜-4,4-二酮在波长 468 nm 和 472 nm 之间有吸收峰存在,根据比耳定律,其吸收强度和试料浓度成正比。

## 4.4.1 试剂

- 4.4.1.1 无水乙醇。
- 4,4.1.2 三氯甲烷。
- 4.4.1.3 环己烷:光学纯。
- 4.4.2 仪器和设备
- 4.4.2.1 离心机(4 000 r/min)。
- 4.4.2.2 旋转蒸发器。
- 4.4.2.3 分光光度计。

#### 4.4.3 测定

称取试样约 100 mg (精确到 0.000 1 g),置于 250 mL 的容量瓶中,加 10 mL 预热至 60 C 的蒸馏水,并在 60 C 的水浴中保持 5 min。冷却后,加 100 mL 无水乙醇 (4.4.1.1) 和 100 mL 三氯甲烷 (4.4.1.2),用超声波水浴处理 5 min,用三氯甲烷定容。播匀后,取出部分内容物置于具塞离心管内离心 5 min,移取离心管内上层清液 5.0 mL 置于旋转蒸发器的圆底烧瓶中,在 45 C 真空蒸发至干。残渣用 0.5 mL 的无水乙醇和 0.5 mL 的三氯甲烷润湿后,加入环己烷 (4.4.1.3) 少量多次进行溶解,并转移到 100 mL 的容量瓶中,用环己烷定容。

在分光光度计上测定波长  $468 \text{ nm} \sim 472 \text{ nm}$  之间的吸收极大值,使用 1 cm 的吸收池,以空白环己烷作参比。

#### 4.4.4 计算

试样中 β,β-胡萝卜-4,4-二酮的含量  $X_2$ (以质量百分数表示)按式(2)进行计算:

$$X_2 = \frac{A_{\text{max}} \times 5\ 000}{2\ 100 \times m_3}$$
 (2)

#### 式中:

Amax —— 试样溶液测得的吸收最大值;

- 2 100——试样中β,β-胡萝卜-4,4-二酮的标准百分消光值(Ε ι ω);
- 5 000 --- 稀释倍数;

 $m_s$ ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

#### 4.4.5 允许误差

同一操作者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对平均偏差不得大于2%。

## 4.5 铅的测定

按 GB/T 13080 进行。

#### 5 检验规则

- 5.1 本产品应由生产厂的质量检验部门按规定进行质量检查合格后方可出厂,每批出厂的产品都应带有质量证明书。
- 5.2 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,检验其是否符合本标准的要求。
- 5.3 取样方法:取样需备有清洁、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。

取样时,应用清洁适用的抽样器。每批产品抽取两份,每份抽样量应有足够的代表性。充分混匀后分装两个标明品名、批号和生产日期的样品袋。——件送化验室检验,另一件密封后送留样室保存。

- 5.4 如果在检验中有一项不符合标准要求时,应重新取样进行复检,重新检验结果即使有一项指标不符合标准要求时,则整批产品不能验收。
- 5.5 如供需双方对产品质量发生争议时,可由双方商请仲裁单位按照本标准的检验规则和方法进行 仲裁。

#### 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 本产品准确称量后装入密闭、避光的适当材质的包装袋中,封口,盛放于外包装容器内,密闭储存。
- 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。