



中华人民共和国国家标准

GB/T 18632—2010
代替 GB/T 18632—2002

饲料添加剂 80%核黄素(维生素 B₂)微粒

Feed additive—80% Riboflavin (vitamin B₂) particle

2011-01-11 发布

2011-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 18632—2002《饲料添加剂 维生素 B₂(核黄素)流动性微粒》。

本标准与 GB/T 18632—2002 相比,主要技术变化如下:

- 3.1 性状描述删去对核黄素溶液化学性质的描述;
- 4.2.2.4 样品前处理由电炉加热改为水浴加热;
- 增加 4.8、4.9 有毒有害指标砷、铅允许量及检测方法;
- 删除 4.6 有机挥发杂质限量及检测方法;
- 增加 4.10 微生物沙门氏菌的允许量及检测方法。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)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)]、湖北广济药业有限公司。

本标准主要起草人:李兰、何谧、田静、王彤、李丽蓓、郭韶智、陈志远、宋荣、马冬霞、赵小阳。

饲料添加剂 80%核黄素(维生素 B₂)微粒

1 范围

本标准规定了饲料添加剂 80%核黄素(维生素 B₂)微粒产品的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于生物发酵法制得的 80%核黄素(维生素 B₂)微粒,在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 5917.1—2008 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

GB/T 6435 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079—2006 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 13091 饲料中沙门氏菌的检测方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

《中华人民共和国药典》(2005 年版)

3 要求

3.1 性状

黄色至棕黄色微粒,微臭。味微苦,易吸潮。

3.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
含量(以 C ₁₇ H ₂₀ N ₄ O ₆ 计)(干基)/%	≥80.0
干燥失重/%	≤3.0
炽灼残渣/%	≤5.0
粒度	最少 90%通过 0.28 mm 标准筛

表 1 (续)

项 目	指 标
铅/(mg/kg)	≤5.0
砷/(mg/kg)	≤3.0
沙门氏菌(25 g 样品中)	不得检出

4 试验方法

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中三级用水的规定。

4.1 试剂和溶液

4.1.1 冰乙酸。

4.1.2 硫酸。

4.1.3 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=2.0 \text{ mol/L}$ 。

4.1.4 连二亚硫酸钠。

4.1.5 甲醇:色谱纯。

4.1.6 冰乙酸溶液:0.25%(体积分数)。

4.1.7 维生素 B₂ 标准溶液的制备:以下操作需避光进行!

称取经 105 °C 干燥 2 h 的维生素 B₂ 标准品(纯度大于 98.0%)0.065 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 冰乙酸(4.1.1),于超声波水浴中超声约 5 min,另加入约 150 mL 水,于沸水浴中煮至标准品颗粒全部溶解,冷却后转移至 500 mL 棕色容量瓶中,用流动相(4.4.2.2)定容至刻度,摇匀,该溶液中约含维生素 B₂ 120 μg/mL。保存在 2 °C~8 °C 冰箱中,使用 3 个月。

4.2 仪器和设备

4.2.1 实验室常用设备。

4.2.2 超声波水浴。

4.2.3 液相色谱仪,配紫外检测器。

4.2.4 微孔滤膜,孔径 0.45 μm。

4.2.5 原子吸收分光光度计。

4.3 鉴别试验

称取样品约 0.001 g,加水 100 mL 溶解后,溶液在透射光下应显黄绿色并有强烈的黄绿色荧光;分成 2 份,1 份中加 2 滴~3 滴硫酸(4.1.2)或氢氧化钠溶液(4.1.3),荧光即消失;另一份中加连二亚硫酸钠(4.1.4)结晶少许,摇匀后,黄色即消褪,荧光即消失。

4.4 含量测定

4.4.1 原理

试样中维生素 B₂ 在酸的水溶液中加热溶解后,注入高效液相色谱仪中进行分离,紫外检测器检测,外标法计算试样中维生素 B₂ 含量。

4.4.2 分析步骤(4.4.2.1及4.4.2.3操作需避光进行!)

4.4.2.1 试样溶液的制备

称取经 105 ℃干燥 2 h 的维生素 B₂ 样品约 0.050 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 冰乙酸(4.1.1),于超声波水浴中超声约 5 min,另加入约 100 mL 水,于沸水浴中煮至样品固体颗粒全部溶解,冷却后转移至 500 mL 棕色容量瓶中,用流动相(4.4.2.2)定容至刻度,摇匀,备用。

4.4.2.2 高效液相色谱条件

色谱柱:内径 4.6 mm,柱长 250 mm,填料为 C₁₈,粒度 5 μm。

检测器:紫外检测器,波长 269 nm。

流动相:甲醇(4.1.5)+冰乙酸溶液(4.1.6)=28+72。

流速:1.0 mL/min。

进样量:10 μL。

4.4.2.3 分析

取标准溶液(4.1.7)、试样溶液(4.4.2.1),经微孔滤膜过滤后,注入液相色谱仪中,用峰面积计算含量。

4.4.2.4 结果计算

维生素 B₂ 含量 w_1 (以质量分数表示),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{P_i \times V \times c_s \times V_{st}}{P_{st} \times m} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w_1 ——试样中维生素 B₂ 的含量, %;

P_i ——试样溶液峰面积值;

V ——样品的总稀释体积,单位为毫升(mL);

c_s ——标准溶液浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_{st} ——标准溶液进样体积,单位为微升(μL);

P_{st} ——标准溶液峰面积平均值;

m ——干燥样品质量,单位为克(g)。

4.4.3 结果表示

平行测定结果用算术平均值表示,保留三位有效数字。

4.4.4 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果的相对偏差应不大于 5.0%。

4.5 干燥失重的测定

按 GB/T 6435 测定。

4.6 炽灼残渣的测定

4.6.1 测定方法

称取样品 1 g~2 g(准确至 0.01 g),置于已在 700 ℃~800 ℃灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓

加热至完全炭化,放冷后,加硫酸(4.1.2)0.5 mL~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入马福炉中,在 700 °C~800 °C下灼烧至恒重。

4.6.2 计算和结果表示

灼灼残渣含量 w_2 (以质量分数表示),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w_2 ——灼灼残渣含量, %;
- m_1 ——坩埚加残渣质量,单位为克(g);
- m_2 ——坩埚质量,单位为克(g);
- m ——样品质量,单位为克(g)。

4.6.3 结果表示

结果保留两位有效数字。

4.6.4 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果的相对偏差应不大于 5%。

4.7 粒度的测定

按 GB/T 5917.1 2008 测定。

4.8 铅的测定

按 GB/T 13080 测定。

4.9 砷的测定

准确称取试样 1.5 g(准确至 0.000 1 g),按 GB/T 13079—2006 中 5.4.1.3 干灰化法进行样品前处理;按照《中华人民共和国药典》(2005 年版)砷的测定法第一法(古蔡氏法)进行测定。

4.10 沙门氏菌的测定

按 GB/T 13091 测定。

5 检验规则

5.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 的规定进行。

5.2 出厂检验

5.2.1 批

以同班、同原料产品为一批,每批产品进行出厂检验。

5.2.2 出厂检验项目

外观、维生素 B₂ 含量、干燥失重、灼灼残渣、粒度。

5.2.3 判定方法

以本标准的有关试验方法和要求为依据,对抽取样品按出厂检验项目进行检验。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中取样进行复检,复检结果如仍有任何一项不符合本标准要求,则判定该批产品为不合格产品,不能出厂。

5.3 型式检验

5.3.1 有下列情况之一,应进行型式检验:

- a) 改变配方或生产工艺;
- b) 正常生产每半年或停产半年后恢复生产;
- c) 国家技术监督部门提出要求时。

5.3.2 型式检验项目:第3章规定的全部项目。

5.3.3 判定方法:以本标准的有关试验方法和要求为依据。检验结果(沙门氏菌除外)如有一项不符合本标准时,应加倍抽样复检,复检结果如仍有一项不符合本标准要求时,则判定型式检验不合格。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

按 GB 10648 执行。

6.2 包装

采用避光、密封、防潮(或根据用户要求)包装。

6.3 运输

在运输过程中应避光、防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

应贮存在避光、阴凉、通风、干燥处;开封后尽快使用,以免变质。

在规定的包装、贮存条件下,保质期应不少于 24 个月。