

中华人民共和国国家标准

GB 7300.902—2022
代替 GB/T 18970—2003

饲料添加剂 第9部分：着色剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)

Feed additives—Part 9: Coloring agents—
 β,β -carotene-4,4-diketone(canthaxanthin)

2022-07-13 发布

2023-08-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件为 GB 7300《饲料添加剂》的第 902 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(斑蝥黄)(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)。

本文件代替 GB/T 18970—2003《饲料添加剂 10% β,β -胡萝卜-4,4-二酮(10% 斑蝥黄)》，与 GB/T 18970—2003 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- a) 增加了以维生素 A 乙酸酯或 β -胡萝卜素为主要原料，经化学合成制得的饲料添加剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)96 型的技术要求，以及与之相关的所有内容；
- b) 更改了性状的描述(见 5.1,2003 年版的 3.1)；
- c) 增加了鉴别及测定方法(见 5.2 和 7.2)；
- d) 增加了粒度 0.42 mm 的分析筛的要求(见表 1)；
- e) 增加三苯基氧膦、二氯甲烷和总砷的指标(见表 1 和表 2)及相应的测定方法(见 7.8、7.9 和 7.11)；
- f) 更改了斑蝥黄含量的测定方法(见 7.3.2,2003 年版的 4.4)；
- g) 增加了保质期的规定(见 9.5)。

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。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 18970—2003。

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 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)属于第 9 大类着色剂,因 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)是此大类第二个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.902 编号,作为 GB 7300 的第 902 部分。

饲料添加剂 第9部分：着色剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)

1 范围

本文件规定了饲料添加剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)产品的技术要求、取样、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了试验方法。

本文件适用于以维生素 A 乙酸酯或 β -胡萝卜素为主要原料，经化学合成制得的饲料添加剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)96 型；以及以 96 型产品为原料，经二氯甲烷溶解，加入饲料原料明胶或淀粉或饲料添加剂木质素磷酸盐等，喷雾干燥制得的饲料添加剂 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)10 型。

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 1886.78—2016 食品安国家标准 食品添加剂 番茄红素(合成)
- GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- GB/T 6040 红外光谱分析方法通则
- GB/T 6435—2014 饲料中水分的测定
- 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 13081 饲料中汞的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- 中华人民共和国兽药典 一部(2020 年版)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

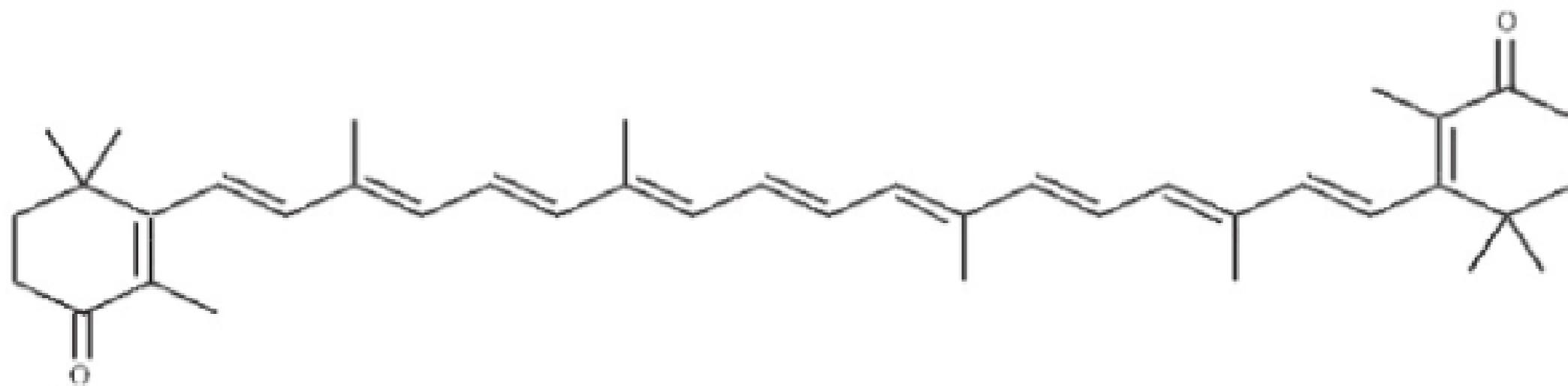
4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称： β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)

分子式： $C_{40}H_{52}O_2$

相对分子质量：564.85(按 2016 年国际相对原子质量)

结构式：



5 技术要求

5.1 外观与性状

96型为紫红色至紫褐色结晶或结晶性粉末；10型为红色至紫红色的流动性粉末状微粒。

5.2 鉴别

96型的光谱特征，应符合斑蝥黄红外扫描光谱的特征；10型的光谱特征，应符合斑蝥黄紫外可见光扫描光谱的特征。

5.3 理化指标

应符合表1的要求。

表1 理化指标

项目	类型与指标	
	96型	10型
β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(以 C ₄₀ H ₅₂ O ₂ 计) / %	≥	96
干燥失重 / %	≤	—
粒度	通过孔径为 0.84 mm 的分析筛 / %	—
	通过孔径为 0.42 mm 的分析筛 / %	100
炽灼残渣 / %	≤	0.2
其他类胡萝卜素 / %	≤	5
三苯基氧膦(TPPO) / %	≤	0.01
二氯甲烷 / (mg/kg)	≤	600

5.4 卫生指标

应符合表2的要求。

表2 卫生指标

项目	类型与指标	
	96型	10型
铅(Pb) / (mg/kg)	≤	10

表 2 卫生指标(续)

项目	类型与指标	
	96型	10型
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	3	3
汞(Hg)/(mg/kg) ≤	1	—

6 取样

按 GB/T 14699.1 规定执行。充分混匀,装入磨口瓶中,备用。

7 试验方法

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

7.1 外观与性状

取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和形态。

7.2 鉴别

96型按照 GB/T 6040 规定进行红外扫描,斑蝥黄标准品光谱特征应符合附录 A 图 A.1。10型取 7.3.2.4.3 中试液在 220 nm~560 nm 波长范围内进行紫外可见光扫描,光谱特征应符合附录 A 图 A.2。

7.3 β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)

7.3.1 96型

7.3.1.1 原理

试样用三氯甲烷提取,在波长 468 nm ~472 nm 之间有最大吸收峰,根据朗伯-比尔定律,其吸收强度和试液浓度成正比,根据吸收强度测定其含量。

7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 三氯甲烷。

7.3.1.2.2 环己烷。

7.3.1.3 仪器设备

7.3.1.3.1 分析天平:感量为 0.1 mg。

7.3.1.3.2 紫外可见分光光度计:配 1 cm 比色皿。

7.3.1.4 试验步骤

7.3.1.4.1 提取

平行做两份试验。称取试样 50 mg(精确至 0.1 mg)于 100 mL 棕色容量瓶中,加入 10 mL 三氯甲烷溶解,用环己烷定容至刻度,混匀,作为试液。

7.3.1.4.2 稀释

准确移取试液 5 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用环己烷定容至刻度,混匀,作为待稀释溶液。准确移取待稀释溶液 5 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中,用环己烷定容至刻度,混匀,作为待测试液。

7.3.1.4.3 测定

用 1 cm 的比色皿,以环己烷为空白参照,在 468 nm ~ 472 nm 波长处测定待测试液的最大吸收值 A_{470} 。

7.3.1.5 试验数据处理

试样中斑蝥黄含量以质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式(1)计算:

三

A_1 ——试样溶液测得的最大吸收值；

20 000 — 稀释倍数:

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

2 200 ——试样中斑蝥黄的标准百分消光值(1%, 1 cm)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留2位有效数字。

7.3.1.6 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 2%。

7.3.2 10型

7.3.2.1 原理

试样用水溶解后,用无水乙醇和二氯甲烷提取,在波长 470 nm~476 nm 之间有最大吸收峰,根据朗伯-比耳定律,其吸收强度和试液浓度成正比,根据吸收强度测定其含量。

7.3.2.2 试剂或材料

7.3.2.2.1 水：GB/T 6682，三级。

7.3.2.2.2 无水乙醇。

7.3.2.2.3 二氯甲烷。

7.3.2.2.4 环己烷。

7.3.2.2.5 无水乙醇

7.3.2.3.2 离心机, 可达到 4 000 r/m

7.3.2.3.3 超声波提取仪,可加热至 60 °C

7.3.2.3.4 背外可用分光光度计，配 1 cm

1996-1997 学年第二学期期中考试高二物理试题

7.3.2.4 试验步骤

7.3.2.4.1 提取

平行做两份试验。称取试样 0.1 g(精确至 0.1 mg)于 100 mL 棕色容量瓶中, 加入 5 mL 水, 在 60 ℃条件下超声溶解 5 min, 迅速冷却至室温, 加 50 mL 无水乙醇, 然后用二氯甲烷稀释定容, 混匀, 作为试液。

7.3.2.4.2 瑞麗

移取试液适量,4 000 r/min 离心 5 min。准确移取 1 mL 上清液于 50 mL 棕色容量瓶中,用无水乙醇环己烷溶液稀释至刻度,作为待测试液。

7.3.2.4.3 测定

用 1 cm 的比色皿,以环己烷为空白参照,在波长 470 nm~476 nm 之间测定待测试液的最大吸收值 A_{max}

7.3.2.5 试验数据处理

试样中斑蝥黄含量以质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式(2)计算:

七

A_{max} ——试样溶液测得的最大吸收值。

5 000 — 稀释倍数:

m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);

2 050 ——试样中斑蝥黄的标准百分消光值(1%·1 cm)。

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。

7.3.2.6 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 0.5%。

7.4 干燥失重

平行做两份试验。称取试样 1g(精确到 0.1 mg)，按 GB/T 6435—2014 中 8.1 规定执行。

7.5 故事

按 GB/T 5917.1 规定执行。

7.6 炽灼残渣

按《中华人民共和国兽药典一部(2020年版)》炽灼残渣法(附录0841)规定执行。其中称样量为1g,放冷后加2mL硝酸和1mL硫酸使其湿润。

7.7 其他类胡萝卜素

7.7.1 原理

试样用三氯甲烷提取，在波长 470 nm 处斑蝥黄和其他类胡萝卜素有吸收峰，用面积归一法计算其

他类胡萝卜素的含量。

7.7.2 试剂或材料

- 7.7.2.1 水:GB/T 6682,一级。
 - 7.7.2.2 乙腈,色谱纯。
 - 7.7.2.3 三氯甲烷。
 - 7.7.2.4 环己烷。
 - 7.7.2.5 滤膜:0.45 μm,有机相

7.7.3 仪器设备

- #### 7.7.3.1 液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 试样测定

准确移取 7.3.1.4.1 中的试液 5 mL 于 50 mL 的棕色容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 摆匀。过 0.45 μm 滤膜, 注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 确定斑蝥黄的保留时间。斑蝥黄产品液相色谱图见附录 B 图 B.1。

7.7.4.2 溶剂峰及杂质峰测定

在 100 mL 的容量瓶中加入 10 mL 三氯甲烷, 用环己烷定容至刻度, 摆匀。准确移取 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 摆匀。过 0.45 μm 滤膜, 注入高效液相色谱仪, 记录色谱图, 与 7.7.4.1 的色谱图比较, 确定溶剂峰及杂质峰。

7.7.4.3 液相色谱参考条件

色谱柱:Symmetryshield RP-18¹²,柱长250 mm,内径4.6 mm,粒径5 μm,或性能相当者。

流动相：乙腈和水的体积比为 95 : 5。

流速:1 mL/min。

柱温:35 °C。

检测波长: 470 nm。

进样量:20 μ L。

运行时间:40 min。

7.7.5 试验数据处理

试样中其他类胡萝卜素含量以质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按公式(3)计算:

武中

A_1 —试样中除斑蝥黄组分和溶剂峰及引入杂峰以外的其他峰面积之和；

A₂—试样中斑蝥黄组分的面积之和。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留2位有效数字。

1) 本文件中的 Symmetryshield RP-18 是由美国沃特世(Waters)公司提供的色谱柱商品名。给出这一信息是为了方便本文件的使用者，并不表示对该产品的认可。如果其他产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

7.7.6 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 10%。

7.8 三苯基氯膦(TPPO)

7.8.1 96 型

平行做两份试验。称取试样 1 g(精确到 0.1 mg), 按 GB 1886.78—2016 附录 A 中 A.5 规定执行。

7.8.2 10 型

平行做两份试验。准确称取试样 0.5 g(精确至 0.1 mg)于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 水, 在 60 ℃ 条件下超声溶解 5 min, 迅速冷却, 加 50 mL 的无水乙醇, 然后用二氯甲烷稀释至刻度, 混匀。取适量试液于 4 000 r/min 条件下离心 5 min。准确移取 50 mL 上清液于 100 mL 鸡心瓶中, 用旋转蒸发仪 60 ℃ 水浴蒸馏至干(如有少量水分不能蒸除, 可在鸡心瓶中加入适量的无水乙醇继续蒸馏, 直至瓶中溶剂蒸干)。准确移取 10 mL 色谱纯四氢呋喃溶解残渣, 取试液适量, 过 0.45 μm 滤膜后待测。液相色谱条件按 GB 1886.78—2016 附录 A 中 A.5 规定执行。

7.8.3 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 10%。

7.9 二氯甲烷

7.9.1 原理

试样用甲苯(或二甲基亚砜)溶解后,于顶空装置中,使二氯甲烷充分气化达到平衡,经顶空自动进样器进样后气相色谱法测定,外标法定量。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 二甲基亚砜, 色谱纯。

7.9.2.2 甲苯, 色谱纯。

7.9.2.3 96 型产品二氯甲烷标准贮备溶液: 准确称取二氯甲烷标准品(纯度大于或等于 99%)0.2 g(精确至 0.1 mg)于预先加入约 30 mL 甲苯的 100 mL 棕色容量瓶中, 充分振荡摇匀, 用甲苯定容至刻度, 混匀。该溶液的质量浓度为 2 mg/mL。现用现配。

7.9.2.4 96 型产品二氯甲烷标准系列溶液: 准确移取二氯甲烷标准贮备溶液适量, 用甲苯稀释成质量浓度分别为 1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 和 100 μg/mL 的二氯甲烷标准工作溶液。现用现配。

7.9.2.5 10 型产品二氯甲烷标准贮备溶液: 准确称取二氯甲烷标准品(纯度大于或等于 99%)0.2 g(精确至 0.1 mg)于预先加入约 30 mL 二甲基亚砜的 100 mL 棕色容量瓶中, 充分振荡摇匀, 用二甲基亚砜定容至刻度, 混匀。该溶液的质量浓度为 2 mg/mL。现用现配。

7.9.2.6 10 型产品二氯甲烷标准系列溶液: 准确移取二氯甲烷标准贮备溶液适量, 用二甲基亚砜稀释成质量浓度分别为 1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 和 100 μg/mL 的二氯甲烷标准工作溶液。现用现配。

7.9.3 仪器设备

7.9.3.1 分析天平; 感量为 0.1 mg。

- 7.9.3.2 超声波提取仪;可加热至 60 ℃。
- 7.9.3.3 气相色谱仪;配氢火焰检测器。
- 7.9.3.4 顶空进样装置;加热温度可达 100 ℃。
- 7.9.3.5 顶空进样瓶;20 mL。

7.9.4 试验步骤

7.9.4.1 96型产品试样溶解

平行做两份试验。称取试样 0.05 g(精确至 0.1 mg)于 20 mL 顶空进样瓶中,准确加入 10 mL 甲苯,盖紧瓶盖,振摇试样至分散,放置于 60 ℃超声波提取仪中超声 30 min,直至试样完全溶解(可用强光照射观察样品溶液,如有不溶物,可以加温、加长超声时间,直至样品完全溶解)。混匀待用。

7.9.4.2 10型产品试样提取

平行做两份试验。称取试样 0.1 g(精确至 0.1 mg)于 20 mL 顶空进样瓶中, 准确加入 4 mL 二甲基亚砜, 盖紧瓶盖, 振摇试样至分散, 放置于 60 ℃超声波提取仪中超声 30 min, 直至试样完全分散均匀(可用强光照射观察样品溶液, 如有不溶物, 可以加温、加长超声时间, 直至样品完全分散均匀)。混匀待用。

7.9.4.3 气相色谱参考条件

色谱柱：固定相为(6%-氯丙基-苯基)甲基聚硅氧烷的毛细管柱，柱长30 m，内径0.5 mm，膜厚0.25 μm，或性能相当者。

载气：氮气。

流速:4 mL/min。

进样模式：分流进样。

分流比:5:1。

进样口温度: 150 °C

检测器温度:200 °C。

柱温箱温度:50℃保持8

填空杆曲炉溫度：100 °C

在仪器的最佳条件下,准确移取 96 型产品二氯甲烷标准系列溶液 10 mL、10 型产品二氯甲烷标准系列溶液 4 mL, 分别于 20 mL 顶空进样瓶中, 立即盖紧瓶盖, 压紧。放置到 100 °C 顶空装置的平衡室中

—
—

在仪器的最佳条件下,将装有试液的顶空进样瓶,放置到 100 ℃ 顶空装置的平衡室中平衡

式中：

ρ —— 标准曲线上查得的试液中二氯甲烷的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V —— 试样稀释的体积，单位为毫升(mL)；

m_i —— 试样的质量，单位为克(g)。

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。

7.9.6 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 10%。

7.10 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

7.11 总砷

按 GB/T 13079 规定执行。

7.12 梅

按 GB/T 13081 规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批。96 型每批不应超过 5 t。10 型每批不应超过 10 t。

8.2 出厂检验

96 型检验项目为外观与性状、斑蝥黄、其他类胡萝卜素；10 型检验项目为外观与性状、斑蝥黄、粒度、干燥失重。

8.3 型式检验

型式检验项目为本文件第 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，亦应进行型式检验：

- 产品定型投产时；
- 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；
- 停产 3 个月以上，重新恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 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，则判定该批产品不合格。

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。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、避光、密封。

9.3 运输

运输中应防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存于通风、干燥处，防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起的保质期：96 型不低于 12 个月，10 型不低于 18 个月。

附录 A
(规范性)
斑蝥黄扫描光谱图

A.1 斑蝥黄标准品红外扫描光谱图见图 A.1。

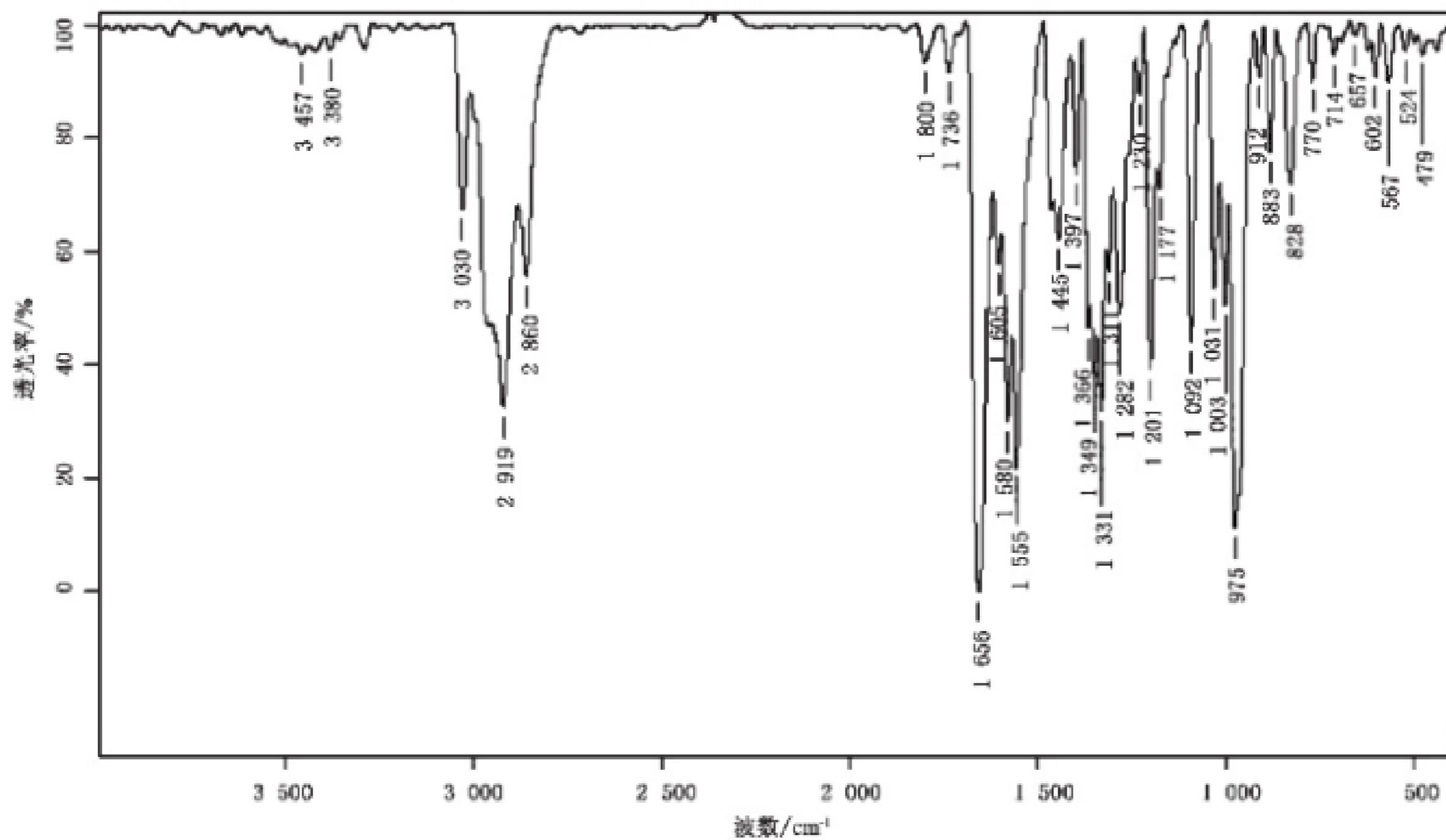


图 A.1 斑蝥黄标准品红外扫描光谱图

A.2 10型斑蝥黄紫外可见光扫描光谱图见图 A.2。

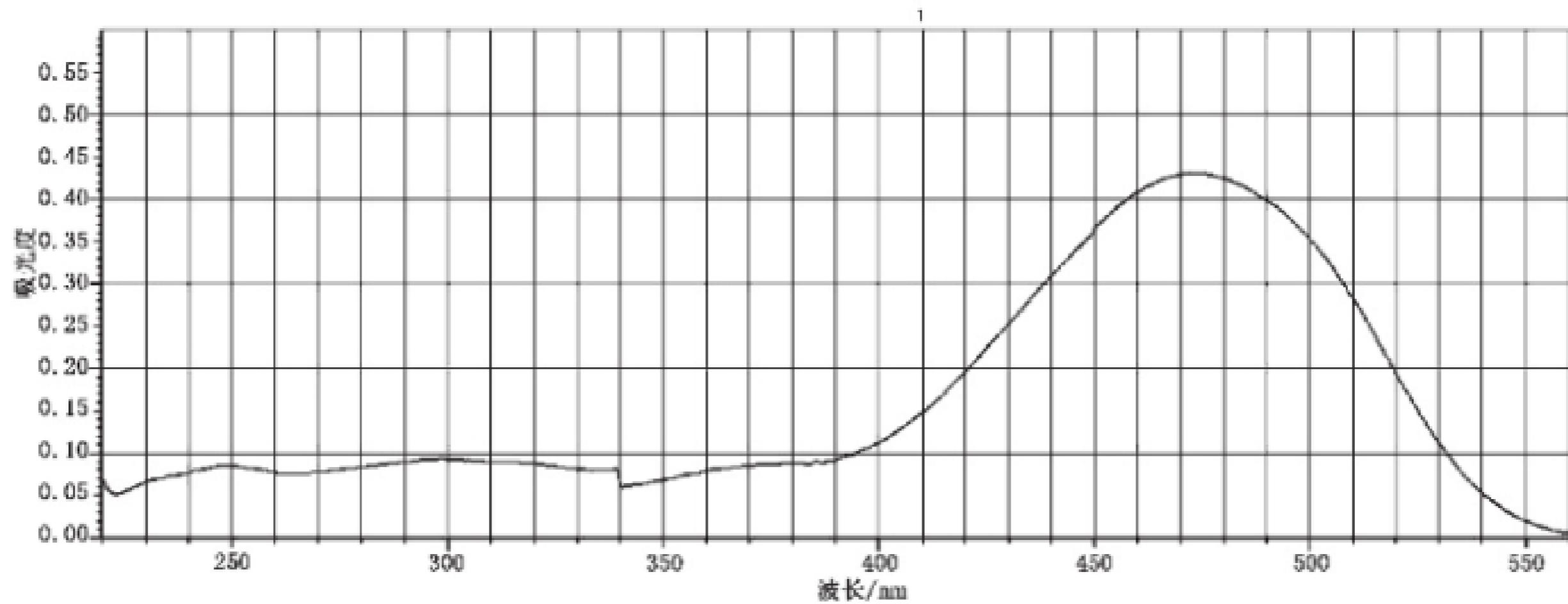


图 A.2 10型斑蝥黄紫外可见光扫描光谱图

附录 B
(规范性)
斑蝥黄产品液相色谱图

斑蝥黄产品液相色谱图见图 B.1。

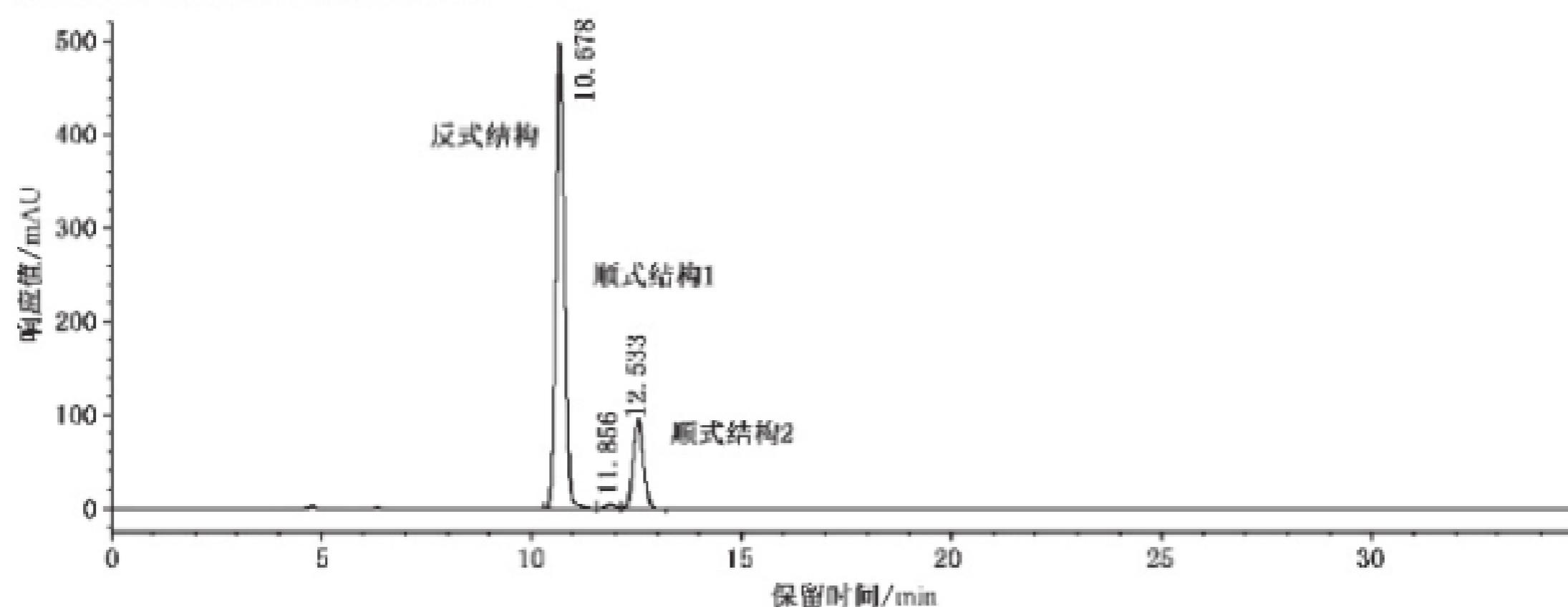


图 B.1 斑蝥黄产品液相色谱图

