



扬州天健生物科技有限公司企业标准

Q/321084 GPC114-2022

混合型饲料添加剂

液态虾青素

2022-03-15 发布

2022-03-30 实施

扬州天健生物科技有限公司 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准由扬州天健生物科技有限公司提出并负责起草。

本标准主要起草人：万安琪、窦运楠。

扬州天健生物科技有限公司

混合型饲料添加剂 液态虾青素

1 范围

本标准规定了混合型饲料添加剂 液态虾青素的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输与贮存。

本标准适用于以纯化水为溶剂，饲用天然植物粗提物（液）或饲料原料葡萄糖或蔗糖等为载体，按照一定比例加入饲料添加剂虾青素，经溶解、混合而配制成的混合型饲料添加剂 液态虾青素。

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 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 13078 饲料卫生标准。

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。

GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差。

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备。

中华人民共和国质量监督检验检疫总局令（2005年）第75号《定量包装商品计量监督管理办法》。

中华人民共和国农业部公告第2045号《饲料添加剂品种目录（2013）》。

中华人民共和国农业部公告第1773号《饲料原料目录》。

《饲料添加剂安全使用规范》（中华人民共和国农业部公告第2625号）。

3 要求

3.1 原料

应符合《饲料添加剂品种目录（2013）》和《饲料原料目录》的要求。

3.2 感官

为色泽均一的液体，无沉淀或有轻摇即散的沉淀，无发霉、酸败等变质现象。

3.3 pH值

为3.5~9.0。

3.4 理化指标

理化指标应符合表1的规定。

表 1 理化指标

项目	指标	
	YZTJ 710	YZTJ 711
商品名	虾青乳	液态虾青素
虾青素, $\mu\text{g/L}$	≥ 20000	≥ 23000
总砷(以 As 计), mg/kg	≤ 3	
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤ 10	

3.5 净含量及允许偏差

净含量及允许偏差应符合《定量包装商品计算监督管理办法》的规定。

4 试验方法

4.1 感官

取适量样品置于洁净、干燥的烧杯中,在非阳光直射条件下,观察其色泽、形态,并嗅其气味。

4.2 pH 值

取适量样品,按照pH计操作程序测定,读数。

4.3 虾青素

按附录A的规定进行。

4.4 总砷

按GB/T 13079的规定进行。

4.5 铅

按GB/T 13080的规定进行。

4.6 净含量

按 JJF 1070 的规定进行。

5 检验规则

5.1 组批

以相同生产工艺、同一批原料在一个生产周期得到的产品为一个批次。

5.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

5.3 出厂检验

每批产品应有生产质检部门进行出厂检验。检验项目为感官指标、pH 值、虾青素含量,检验合格并签发检验合格证的产品方可入库或出厂。

5.4 型式检验

5.4.1 一般情况下,半年进行一次型式检验。检验项目为本标准第 3 章规定的所有项目。

5.4.2 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 更改主要原辅材料和关键生产工艺;
- 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月以上,重新恢复生产时;
- 国家质量监督机构提出要求进行型式检验时。

5.5 定期检验

每周从其生产的产品中至少抽取 5 个批次的产品自行检验含量指标。如果每周生产少于 5 个批次，按实际生产批次的产品进行检验。

6 判定规则

6.1 所检项目检验结果均与本标准规定指标一致判定为合格产品。

6.2 有任何指标不符合本标准规定的要求时，可以从双倍量的包装中抽取样品进行复检，复检结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则判定该批产品为不合格。

6.3 如有致病菌检出，不得复检。直接判定该批产品为不合格。

7 标签、包装、运输、贮存、质保期

7.1 标签

按GB 10648的规定执行。

7.2 包装

应采用符合国家相关标准的、无毒的包装材料。包装采用玻璃瓶或塑料瓶（桶），每瓶或桶净含量 10 mL、20 mL、50 mL、100 mL、200 mL、250 mL、500 mL、1 L、5 L、10 L、20L、25 L，外包装采用瓦楞纸箱。也可根据用户提出的净含量要求进行包装。其净含量的允许短缺量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

7.3 运输

运输工具应清洁卫生，运输途中应有遮盖物，防止日晒、雨淋，禁止与有毒物质和易污染物混装混运。

7.4 贮存

应保存于干燥、阴凉、通风的库房内，避免直接日晒。不得与有毒、有害物质一起堆放，严防污染。

7.5 保质期

在上述规定的包装贮运条件下，从生产之日起，产品的保质期为24个月。

附录 A
(规范性附录)
虾青素的测定

A.1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定虾青素的方法。
本标准适用于混合型饲料添加剂中虾青素含量的测定。

A.2 原理

试样经含 5 g/L 的 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚 (BHT) 乙腈溶液涡旋振荡提取后, 固相萃取柱净化, 反相液相色谱柱分离, 紫外吸收检测器检测, 液相色谱保留时间定性, 外标法定量分析。

A.3 试剂

除非另有说明, 蒸馏水或去离子水或符合 GB/T6682 中规定的一级水。试验中所用制品按 GB/T 603 的规定制备。

A.3.1 乙腈, 色谱纯。

A.3.2 甲醇, 色谱纯。

A.3.3 正己烷, 色谱纯。

A.3.4 LC-NH₂ 固相萃取柱。

A.3.5 2, 6-二叔丁基-4-甲基苯酚 (BHT): 分析纯。

A.3.6 虾青素标准品, ≥98.0%。

A.3.7 虾青素标准储备液: 准确称取虾青素标准品 0.0025 g (精确至 0.0001 g), 置于 100 mL 棕色容量瓶中, 用含 5 g/L 的 BHT 乙腈溶液超声溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。该标准储备液浓度为 25 μg/mL。

A.3.8 虾青素标准工作液: 准确吸取虾青素标准储备液 5 mL, 置于 25 mL 棕色容量瓶中, 用含 5 g/L 的 BHT 乙腈溶液超声溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。该标准工作液浓度为 5 μg/mL。

A.4 仪器及设备

常用实验室仪器及设备:

A.4.1 高效液相色谱仪, 带紫外检测器。

A.4.2 超声波清洗器。

A.4.3 台式离心机。

A.4.4 电子分析天平: 感量: 0.01 g 和 0.0001 g。

A.5 分析步骤

A.5.1 提取

准确称取样品适量, 置于 50 mL 具塞离心管中, 加 10 mL 含 5 g/L 的 BHT 乙腈溶液涡旋振荡提取 2 min, 15 mL 经乙腈饱和的正己烷涡旋振荡脱脂 2 次, 每次 2 min, 以 4000r/min 离心 2 分钟, 弃去正己烷层, 保留乙腈层待净化。

A.5.2 净化

将待净化液转移至 10 mL 乙腈活化的 LC-NH₂ 固相萃取柱，用 5 g/L 的 BHT 乙腈溶液 10 mL 淋洗固相萃取柱，收集全部流出液，旋蒸至近干，用 5 g/L 的 BHT 乙腈溶液溶解并定容至 5.0 mL，经 0.22 μm，有机微孔滤膜过滤，滤液供液相色谱分析用。

A. 5.3 色谱条件

A. 5.3.1 色谱柱：C₁₈ 分析柱，柱长 150 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm，或等效色谱柱。

A. 5.3.2 流动相：甲醇+乙腈+水（梯度洗脱）。

A. 5.3.3 流速：1.0 mL/min。

A. 5.3.4 检测波长：480 nm。

A. 5.3.5 柱温：35 °C。

A. 5.3.6 进样量：10 μL。

A. 5.3.7 梯度洗脱程序见表 A. 1。

表 A. 1 高效液相色谱测定的梯度洗脱程序

时间/min	甲醇 (%)	乙腈 (%)	水 (%)
0.00	0	75	25
5.00	25	75	0
12.00	25	75	0
16.00	0	75	25

A. 5.4 上机测定

按照高效液相色谱仪的操作规程，将标准工作液和试样溶液注入液相色谱仪，得到峰面积，从而计算样品中虾青素的含量。

A. 6 分析结果的表述

A. 6.1 结果计算

样品中虾青素的含量按下列公式计算：

$$X = \frac{P_i \times C_s \times V}{P_s \times V_1} \times 1000 \quad (1)$$

式 (1) 中：

X-----试样中虾青素的含量，μg/L。

P_i-----试样溶液的峰面积。

C_s-----标准溶液的浓度，μg/mL。

P_s-----标准溶液的峰面积。

V-----样品洗脱液的定容体积，mL。

V₁-----试样移取量，mL。

1000-----单位换算系数。

A. 6.2 结果表示

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

A. 7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10 %。

编制说明

1、标准编制的目的和意义

根据《饲料和饲料添加剂管理条例》有关规定，为规范生产加强管理，确保产品质量，适应市场需求，便于广大客户和相关部门对我们产品进行监督，保护消费者权益，特制订本标准作为生产和检验的依据。

2、编制的原则和依据

标准编制遵循先进性、实用性、统一性、规范性的原则，重点突出营养、卫生安全指标，卫生营养指标与国家现行标准和要求接轨，并注重标准的可操作性，严格按 GB/T 1.1 的要求进行编写。

3、主要技术参数的确定

标准中液态虾青素各项指标的确定依据是《饲料添加剂安全使用规范》以及国家和行业有关标准和饲养试验数据进行制定；标准草案中卫生指标按 GB 13078《饲料卫生标准》执行。

4、标准实施的建议

本标准经企业法人批准发布，并经企业标准信息公共服务平台备案后，各部门必须遵照执行，在实际生产中，技术部可根据其产品配方在标准范围内进行调整，在符合本标准的前提下，可将实际含量标注于标签上。

扬州天健生物科技有限公司

2022年03月15日